



**David Correia Pinto**

Licenciatura em Ciências de Engenharia Mecânica

## **Caraterização Metrológica de Contadores de Micro Caudal**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre  
em Engenharia Mecânica

Orientadora: Professora Doutora Helena Víctorovna Guitiss  
Navas, FCT/UNL – DEMI

Co-orientadora: Mestre Elsa Maria Isqueiro Batista, Instituto  
Português da Qualidade



FACULDADE DE  
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

**Setembro 2015**



## **Caraterização Metrológica de Contadores de Micro Caudal**

Copyright, 2015, David Correia Pinto, FCT/UNL, IPQ e UNL

A Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.



## **Agradecimentos**

Consciente de que um estágio pressupõe uma importante componente pedagógica, profissional e cultural, só possível de concretizar graças ao contacto com novas realidades e com as pessoas que lhes dão forma, não é possível deixar de expressar aqui os meus modestos agradecimentos a todos que contribuíram para mais este momento de aprendizagem.

Agradeço à Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT/UNL), como também de uma forma geral a todos os professores que no decorrer da minha formação contribuíram para o enriquecimento dos meus conhecimentos e cultura.

Agradeço à Professora Doutora Helena Navas, da FCT, por ter aceite e proporcionado a realização deste estágio, bem como a oportunidade de divulgação do artigo na conferência VI Encontro de Tróia.

Agradeço à Coorientadora Mestre Elsa Batista do IPQ, por toda a sua disponibilidade, dedicação, orientação e cooperação ao longo de todo o projeto e por toda a transmissão de conhecimentos.

Agradeço especialmente aos meus pais, irmã e namorada por todo o amor, carinho e compreensão, que ao longo de toda esta etapa estiveram comigo e me motivaram e apoiaram.

Por fim, gostaria de agradecer a todos os colegas do IPQ com que tive a possibilidade de trabalhar e conviver ao longo deste estágio.



## Resumo

Nas últimas décadas, as empresas têm sido sujeitas a uma maior concorrência, ao desenvolvimento tecnológico mais acelerado e a novos desafios no que respeita à qualidade. A Metrologia deverá assim acompanhar estas tendências do mercado.

O Departamento de Metrologia (DMET) do Instituto Português da Qualidade, I.P. (IPQ) tem vindo a desenvolver esforços significativos que visam a melhoria contínua das técnicas e dos processos de medição e de calibração realizados nos laboratórios.

A presente dissertação de mestrado foi realizada no Laboratório de Volume e Caudal (LVC) do DMET. Os objetivos iniciais do trabalho centraram-se na caracterização metrológica de contadores de fluidos, tendo como base a medição do caudal, utilizando como método de referência o método gravimétrico.

De forma a validar o sistema de medição foram realizados ensaios entre 1 mL/h a 100 mL/h, em condições de reprodutibilidade, com dois sistemas padrão distintos de acordo com o caudal a ensaiar. Em todos os ensaios efetuados foi necessário monitorizar as condições ambientais, i.e. temperatura, pressão atmosférica, humidade relativa e a temperatura do líquido padrão, para a aplicação das correções necessárias.

Outro feito importante foi a caracterização das fontes de incerteza, que permitiram caracterizar o resultado das medições. A metodologia utilizada para a avaliação e para a estimativa da incerteza de medição encontra-se descrita no *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (GUM). Neste projeto foram contempladas fontes de incerteza como as associadas à evaporação, à impulsão do tubo, à resolução da balança, entre outras.

Com os resultados obtidos foi possível elaborar um procedimento técnico para a Calibração de Caudalímetros de Líquidos.

Os resultados obtidos permitiram garantir a rastreabilidade das medições de caudal de líquidos ao SI, essencial para a calibração de equipamentos no Laboratório Nacional de Metrologia (LNM) do IPQ, nomeadamente para micro caudalímetros no intervalo de medição entre 0,12 mL/h e 600 mL/h.

**Palavras-chave:** Calibração, Caudalímetro de Coriolis, Medição de Caudal, Método Gravimétrico, Metrologia, Rastreabilidade.





## Abstract

In the last decades, the companies have been subjected to an increasing competition, accelerated technological development and to new challenges with regard to quality. Metrology should therefore follow these market trends.

The Metrology Department (DMET) of the Portuguese Institute for Quality, I.P. (IPQ) has been making significant efforts aiming the continuous improvement of the techniques, measurement methods and calibration processes performed in the laboratories.

The present master dissertation was performed in the Laboratory of Volume and Flow (LVC) of DMET. The initial goals were centered on the metrological characterization of fluid counters, based on the measurement of flow using the gravimetric method.

In order to validate the system, tests were performed within the flow interval from 1 mL/h to 100 mL/h, under reproducibility conditions and using two distinct standard systems according to the flow to be tested. In all tests performed it was necessary to monitor the environmental conditions, i.e. temperature, atmospheric pressure, relative humidity and the temperature of the standard liquid, in order to apply the necessary corrections.

Another important achievement was the characterization of the uncertainty sources, which allowed characterizing the measurement results. For the evaluation and measurement uncertainty of the measurand the methodology described in the *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (GUM) was used. In this project several uncertainty sources such as those associated with: evaporation, tube impulsion, balance resolution, among others were included.

With the results achieved it was possible to elaborate a technical procedure for the Calibration of Liquids Flow meters.

The results obtained in the present work also allowed to establish the traceability of liquids flow measurements to SI units essential for the equipment's calibration in the National Metrology Laboratory (LNM) of IPQ, namely for micro flow meters in the measuring interval of 0,12 mL/h to 600 mL/h.

**Keywords:** Calibration, Coriolis flow meter, Flow measurement, Gravimetric Method, Metrology, Traceability.



# Índice

Agradecimentos .....	V
Resumo.....	VII
Abstract .....	IX
Índice de Figuras.....	XV
Índice de Tabelas.....	XVII
Acrónimos e Siglas.....	XIX
Simbologia .....	XX
1 Introdução .....	1
1.1. Contextualização e Objetivos da Dissertação .....	1
1.2. Estrutura da Dissertação .....	2
2. Enquadramento Teórico.....	3
2.1. Metrologia .....	3
2.2. Instituto Português da Qualidade (IPQ) .....	4
2.3. Laboratório de Volume e Caudal (LVC) .....	5
2.4. Termos e Definições Metrológicas Utilizadas .....	6
2.5. Método Gravimétrico.....	9
2.5.1. Cálculo do Volume.....	9
2.6. Medição de Caudal.....	10
2.6.1. Método Estático .....	10
2.6.2. Método Dinâmico.....	10
3. Caracterização dos Caudalímetros de Líquidos (Sistema Padrão com o Caudalímetro) .....	11
3.1. Contador.....	11
3.1.1. Contador Volumétrico .....	11
3.1.2. Contador de Velocidade .....	12
3.2. Analisadores de Sistemas Perfusores.....	12
3.2.1. IDA 4 Plus.....	13
3.2.2. IDA-2 Plus .....	13
3.3. Caudalímetros .....	14
3.3.1. Caudalímetro Coriolis .....	14
3.4. Sistema Padrão.....	16
3.4.1. Componentes dos Sistemas .....	17
3.4.2. Aquisição de Dados do Sistema Padrão .....	19
3.4.2.1. <i>LabVIEW</i> .....	19

3.5.	Sistema Padrão de Medição de Micro Caudais com o Caudalímetro .....	20
3.5.1.	Componentes do Sistema Padrão de Medição de Micro Caudais com o Caudalímetro.....	20
3.5.1.1.	Sistema Padrão com o Caudalímetro e a Balança <i>Mettler Toledo AX26 Comparator</i> .	20
3.5.1.2.	Sistema Padrão com o Caudalímetro e a Balança <i>Mettler Toledo XP205</i> .....	21
3.5.2.	Aquisição de Dados do Caudalímetro .....	22
3.5.2.1.	<i>FlowPlot</i> .....	22
4.	Procedimento Experimental.....	25
4.1.	Calibração de Balanças.....	25
4.1.1.	Equipamentos e Instrumentos de Medição .....	25
4.1.2.	Condições de Referência .....	25
4.1.3.	Modo Operatório .....	26
4.1.3.1.	Manuseamento .....	26
4.1.3.2.	Pesagem .....	26
4.1.3.3.	Limpeza.....	26
4.1.4.	Procedimento Experimental da Calibração de Balanças .....	26
4.2.	Calibração de Instrumentos Volumétricos pelo Método Gravimétrico .....	27
4.2.1.	Equipamentos .....	27
4.2.2.	Condições de Referência .....	28
4.2.2.1.	Condições Ambientais .....	28
4.2.2.2.	Estabilização da Temperatura .....	29
4.2.3.	Modo Operatório .....	29
4.2.3.1.	Limpeza .....	29
4.2.3.2.	Menisco .....	29
4.2.3.3.	Manuseamento do Equipamento.....	30
4.2.3.4.	Pesagem .....	30
4.2.4.	Procedimento Experimental da Calibração de Instrumentos Volumétricos.....	31
4.2.4.1.	Instrumentos Volumétricos (Material “Ex”).....	31
4.2.4.2.	Instrumentos Volumétricos (Material “In”) .....	36
4.3.	Calibração de Instrumentos Doseadores de Líquidos.....	38
4.3.1.	Equipamentos .....	38
4.3.2.	Condições de Referência .....	39
4.3.3.	Modo Operatório .....	39
4.3.3.1.	Limpeza.....	39
4.3.3.2.	Sistema em Carga.....	39

4.3.3.3.	Medição de Temperatura.....	39
4.3.3.4.	Sistema de Aquisição e Tratamento de Dados.....	40
4.3.4.	Procedimento Experimental de Calibração de Instrumentos Doseadores de Líquidos	40
4.3.4.1.	Seringa <i>Nexus</i> .....	40
4.3.4.2.	Bomba Peristáltica.....	42
4.3.4.3.	Seringa Perfusora .....	43
4.4.	Calibração de Caudalímetros de Líquidos e Analisadores de Sistemas Perfusores .....	44
4.4.1.	Equipamentos.....	44
4.4.2.	Condições de Referência .....	45
4.4.3.	Modo Operatório .....	45
4.4.3.1.	Sistema de Aquisição e Tratamento de Dados.....	45
4.4.4.	Procedimento Experimental de Calibração de Caudalímetros de Líquidos e Analisadores de Sistemas Perfusores.....	45
4.4.4.1.	Seringa <i>Nexus</i> 3000 e o Caudalímetro .....	45
4.4.4.2.	Seringa Perfusora e o IDA 4 Plus .....	47
4.4.4.3.	Seringa <i>Nexus</i> 3000 e o IDA-2 Plus.....	48
4.5.	Estudo da Evaporação .....	49
4.5.1.	Equipamentos.....	50
4.5.2.	Procedimento Experimental para os Ensaios de Evaporação .....	50
5.	Incertezas de Medição .....	51
5.1.	Avaliação da Incerteza de Medição de Estimativas das Grandezas de Entrada .....	52
5.1.1.	Avaliação de Tipo A .....	52
5.1.2.	Avaliação de Tipo B .....	53
5.1.2.1.	Distribuição Normal .....	54
5.1.2.2.	Distribuição Retangular .....	54
5.1.2.3.	Distribuição Triangular.....	55
5.2.	Incerteza-Padrão da Estimativa da Grandeza de Saída.....	55
5.3.	Incerteza de Medição Expandida .....	56
5.4.	Determinação da Incerteza na Medição de Micro Caudal com o Método Gravimétrico .....	57
5.4.1.	Parâmetros que Influenciam a Medição .....	57
5.4.2.	Modelo de Cálculo de Micro Caudal .....	58
5.4.3.	Incertezas Padrão .....	60
5.4.3.1.	Incerteza Associada à Massa Final.....	60
5.4.3.2.	Incerteza Associada à Massa Inicial .....	60

5.4.3.3. Incerteza Associada à Impulsão .....	60
5.4.3.4. Incerteza Associada à Massa Volúmica da Água .....	62
5.4.3.5. Incerteza Associada à Massa Volúmica do Ar .....	62
5.4.3.6. Incerteza Associada à Massa Volúmica das Massas .....	62
5.4.3.7. Incerteza Associada à Temperatura.....	62
5.4.3.8. Incerteza Associada à Evaporação .....	63
5.4.3.9. Incerteza Associada ao Tempo .....	63
5.4.3.10. Incerteza Associada à Resolução do Caudalímetro .....	63
5.4.3.11. Incerteza Associada à Repetibilidade .....	63
5.4.4. Coeficientes de Sensibilidade .....	63
5.4.5. Incerteza Combinada .....	65
5.4.6. Incerteza Expandida .....	65
6. Apresentação e Discussão dos Resultados.....	67
6.1. Calibração de Instrumentos Volumétricos.....	67
6.2. Estudo da Evaporação .....	68
6.3. Calibração de Instrumentos Doseadores de Líquidos .....	70
6.3.1. Bomba Peristáltica.....	70
6.3.2. Seringa Perfusora .....	71
6.3.3. Seringa Nexus 3000 .....	73
6.4. Calibração Caudalímetros de Líquidos e Analisadores de Sistemas Perfusores .....	74
6.4.1. Analisadores de Sistemas Perfusores.....	74
6.4.1.1. IDA-2 Plus .....	74
6.4.1.2. IDA 4 Plus.....	76
6.4.2. Caudalímetro de Coriolis .....	78
7. Conclusões.....	83
7.1. Sugestões de Trabalhos Futuros .....	84
Bibliografia.....	85
Anexos .....	89
Anexo I – <i>Software</i> do Caudalímetro ( <i>FlowPlot</i> ) .....	91
Anexo II – Listagem de Equipamentos do Sistema Padrão mais o Caudalímetro de Coriolis .....	93
Anexo III – Fórmulas para Determinação da Massa Volúmica do Ar e da Água .....	97

# Índice de Figuras

Figura 2.1 – Estrutura organizacional do IPQ .....	4
Figura 2.2 – Estrutura orgânica do DMET .....	5
Figura 2.3 – Laboratório de pequenos volumes e micro caudal .....	6
Figura 2.4 – Laboratório de médios e grandes volumes.....	6
Figura 3.1 – Contador volumétrico JV 400 .....	11
Figura 3.2 – Contador mono-jacto JM 300, Contador multi-jacto JT 200 e Contador Woltmann DN 40 .....	12
Figura 3.3 – IDA 4 Plus.....	13
Figura 3.4 – IDA-2 Plus .....	14
Figura 3.5 – Esquema de um sensor de fluxo de Coriolis .....	15
Figura 3.6 – Caudalímetro M12 <i>mini CORI-FLOW</i> da <i>Bronkhorst Cori-Tech</i> .....	15
Figura 3.7 – Sistema padrão para medição de micro caudais (0,006 – 20) mL/h .....	16
Figura 3.8 – Sistema padrão para medição de micro caudais (20 – 600) mL/h .....	16
Figura 3.9 – Recipiente de pesagem com a <i>evaporation trap</i> da balança <i>Mettler Toledo AX26 Comparator</i> .....	19
Figura 3.10 – Recipiente de pesagem da balança <i>Mettler Toledo XP205</i> .....	19
Figura 3.11 – Aquisição de dados com a aplicação em <i>LabVIEW</i> .....	20
Figura 3.12 – Sistema padrão com o caudalímetro e a balança <i>Mettler Toledo AX26 Comparator</i> ....	21
Figura 3.13 – Sistema padrão com o caudalímetro e a balança <i>Mettler Toledo XP205</i> .....	22
Figura 3.14 – Aquisição de dados com o <i>software Flowplot</i> .....	23
Figura 4.1 – Posição da massa no ensaio de excentricidade numa balança retangular e circular, respetivamente.....	27
Figura 4.2 – Ajuste do menisco .....	30
Figura 4.3 – Micropipeta – 1 mL .....	31
Figura 4.4 – Bureta digital com êmbolo manual – 50 mL.....	32
Figura 4.5 – Bureta de vidro – 25 mL .....	33
Figura 4.6 – Pipeta graduada de escoamento total – 5 mL.....	34
Figura 4.7 – Seringa de vidro – 100 mL.....	35
Figura 4.8 – Picnómetro de alumínio - 100mL .....	36
Figura 4.9 – Balão volumétrico – 250 mL .....	37
Figura 4.10 – <i>Infusomat®Space</i> da <i>B.Braun</i> .....	42
Figura 4.11 – <i>Perfusor®Space</i> da <i>B-Braun</i> .....	43
Figura 4.12 – Montagem seringa perfusora e o IDA 4 Plus .....	48
Figura 4.13 – Montagem seringa <i>Nexus 3000</i> e o IDA-2 Plus .....	49

Figura 5.1 – Distribuição normal .....	54
Figura 5.2 – Distribuição retangular .....	54
Figura 5.3 – Distribuição triangular .....	55
Figura 6.1 – Representação gráfica do erro da bomba peristáltica.....	71
Figura 6.2 – Representação gráfica do erro da seringa perfusora .....	72
Figura 6.3 – Representação gráfica do erro do sistema padrão para caudais de 0,006 mL/h a 20 mL/h .....	73
Figura 6.4 – Representação gráfica do erro do IDA-2 Plus.....	75
Figura 6.5 – Representação gráfica da comparação de métodos com IDA-2 Plus.....	76
Figura 6.6 – Representação gráfica da comparação de métodos com IDA 4 Plus .....	77
Figura 6.7 – Ensaio de reprodutibilidade com a balança AX26 .....	79
Figura 6.8 – Ensaio de reprodutibilidade com a balança XP205 .....	80
Figura 6.9 – Comparação entre balanças.....	81
Figura I.1 – <i>Software FlowDDE</i> conectar caudalímetro ao computador .....	91
Figura I.2 – Ensaio com caudal de 20 mL/h, com o <i>software FlowPlot</i> .....	92



## Índice de Tabelas

Tabela 3.1 – Especificações técnicas do IDA 4 Plus .....	13
Tabela 3.2 – Especificações técnicas do IDA-2 Plus .....	14
Tabela 3.3 – Especificações técnicas do caudalímetro de Coriolis da <i>Bronkhorst Cori-Tech</i> .....	15
Tabela 4.1 – Seringas de vidro utilizadas na seringa <i>Nexus</i> .....	40
Tabela 5.1 – Relação graus de liberdade efetivos e fator de expansão .....	57
Tabela 5.2 – Componentes de incerteza .....	59
Tabela 6.1 – Calibração de instrumentos volumétricos.....	67
Tabela 6.2 – Resultados adquiridos no estudo da evaporação na balança XP205 .....	68
Tabela 6.3 – Resultado obtidos no estudo da evaporação na balança AX26 .....	69
Tabela 6.4 – Média da taxa de evaporação e do desvio padrão para as duas balanças .....	69
Tabela 6.5 – Resultados obtidos nos ensaios realizados com a bomba peristáltica .....	70
Tabela 6.6 – Resultados obtidos nos ensaios realizados com a seringa perfusora .....	72
Tabela 6.7 – Resultados de ensaios do sistema padrão para caudais de 0,006 mL/h a 20 mL/h.....	73
Tabela 6.8 – Ensaios realizados com IDA-2 Plus .....	74
Tabela 6.9 – Comparação de métodos com IDA-2 Plus .....	75
Tabela 6.10 – Comparação de métodos com IDA 4 Plus.....	77
Tabela 6.11 – Resultados de ensaios efetuados na balança <i>Mettler Toledo AX26 Comparator</i> .....	78
Tabela 6.12 – Resultados de ensaios efetuados na balança <i>Mettler Toledo XP205</i> .....	79
Tabela 6.13 – Resultados comparativos de ensaios feitos para o mesmo caudal com diferentes balanças .....	80
Tabela II.1 – Descrição dos equipamentos do sistema padrão mais o caudalímetro de Coriolis .....	93



## Acrónimos e Siglas

BIPM – *Bureau International des Poids et Mesures*

CIPM – Comité Internacional de Pesos e Medidas

CMC – Capacidade de Medição e Calibração

DEMI – Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial

DMET – Departamento de Metrologia

EN – *European Standards*

EURAMET – *European Association of National Metrology Institutes*

FCT/UNL – Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

GE – *General Electric*

GUM – *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*

IPAC – Instituto Português de Acreditação

IPQ – Instituto Português da Qualidade

ISO – *International Organization for Standardization*

LabVIEW – *Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench*

LNM – Laboratório Nacional Metrologia

LVC – Laboratório de Volume e Caudal

NP – Norma Portuguesa

SI – Sistema Internacional

SPQ – Sistema Português da Qualidade

VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia

## Simbologia

$A$	Valores extremos associados a uma variabilidade
$c_i$	Coeficiente de sensibilidade
$D_{tanque}$	Diâmetro do recipiente de pesagem
$D_{tubo}$	Diâmetro do tubo imerso no líquido de calibração
$ebal$	Erro máximo da balança
$I_L$	Resultado da pesagem com o recipiente cheio ( <i>Load</i> ) com água
$I_E$	Resultado da pesagem com o recipiente vazio ( <i>Empty</i> )
$k$	Fator de expansão
$n$	Número de observações
$q$	Valor obtido de caudal
$\bar{q}$	Valor médio de caudal
$Q_m$	Caudal mássico
$Q_v$	Caudal volumétrico
$R_{bal}$	Resolução da balança
$res$	Resolução do instrumento
$s$	Desvio padrão
$t$	Tempo
$T$	Temperatura da água utilizada na calibração
$u$	Incerteza-padrão
$U$	Incerteza de medição expandida
$V_0$	Volume à temperatura de referência de $t_0$
$v_{ef}$	Graus de liberdade efetivos
$VM$	Valor medido
$VR$	Valor real
$X_i$	Grandeza de entrada
$x_i$	Estimativa da grandeza de entrada

$Y$	Grandeza de saída
$y$	Estimativa da grandeza de saída
$\gamma$	Coefficiente de expansão cúbica do material do recipiente
$\delta_{bal}$	Variação após calibração
$\delta_{evap}$	Correção de caudal associada à evaporação
$\delta m_{imp}$	Correção de massa associada à impulsão
$\Delta T$	Gradiente térmico
$\delta T$	<i>Drift</i> após calibração do termómetro
$\varepsilon$	Erro
$\rho_A$	Massa volúmica do ar
$\rho_B$	Massa volúmica de referência das massas da balança
$\rho_{mbal}$	Massa volúmica das massas de ajuste da balança
$\rho_W$	Massa volúmica da água



# **1 Introdução**

O capítulo contém o enquadramento e objetivos da dissertação, assim como a sua estrutura.

## **1.1. Contextualização e Objetivos da Dissertação**

O crescimento acelerado da concorrência, o desenvolvimento tecnológico cada vez mais rápido e exigente levantam novos desafios perante as empresas e organizações.

O conceito da Qualidade e o modo de lidar com ela têm vindo a evoluir com o tempo, originando novas técnicas e abordagens. A Metrologia, sendo um dos campos da área da Qualidade, também teve uma evolução significativa nos últimos tempos. As atividades metrológicas, realizadas no Departamento de Metrologia (DMET) do Instituto Português da Qualidade. I.P. (IPQ) necessitam da melhoria contínua das técnicas e das metodologias de medição e de calibração efetuadas nos seus laboratórios.

A presente dissertação de mestrado foi desenvolvida no Laboratório de Volume e Caudal (LVC) do DMET.

O objetivo inicial do estudo visava a caracterização de contadores de micro caudal, baseando-se na medição de caudal pelo método gravimétrico. No decorrer do estágio houve outro objetivo, a elaboração de um procedimento técnico para a Calibração de Caudalímetros de Líquidos.

O caudalímetro de Coriolis é crucial na saúde, no mercado do petróleo e nos processos da indústria alimentar, como por exemplo, no fabrico de massas, iogurtes ou polpas, que são normalmente embalados por método gravimétrico e não por método volumétrico. Devido a isto, nos rótulos das embalagens destes produtos é fornecida a informação da massa (peso escorrido ou peso líquido) dos produtos de consumo, em vez do volume, pois o volume varia com a variação de pressão, temperatura e da massa volúmica.

De forma a se conseguir cumprir os objetivos, foi necessário realizar vários ensaios com o sistema padrão de medição de micro caudais e o caudalímetro nas duas balanças. Por fim, com base nos ensaios efetuados, pretendeu-se determinar o erro e incerteza associado a cada instrumento.

## 1.2. Estrutura da Dissertação

A presente dissertação apresenta sete capítulos que se dividem em vários subcapítulos, para facilitar a compreensão do conteúdo.

**Primeiro Capítulo “Introdução”:** descrição dos objetivos e da estrutura da dissertação.

**Segundo Capítulo “Enquadramento”:** apresentação da definição de Metrologia e suas categorias, abordagem ao IPQ e ao LVC. São também citados todos os métodos, termos e definições metrológicos utilizados no projeto.

**Terceiro Capítulo “Caraterização dos Caudalímetros de Líquidos (Sistema Padrão com o Caudalímetro)”:** neste capítulo está descrito toda a definição de contador de fluídos e a sua composição. Apresenta também analisadores de sistemas perfusores e caudalímetros, destacando-se o caudalímetro de Coriolis, visto que este é o tema principal da tese. É referida também a composição do sistema padrão para medição de micro caudal.

**Quarto Capítulo “Procedimento Experimental”:** são abordados todos os procedimentos experimentais de calibração que ao longo do estágio foram utilizados, bem como também todos os ensaios efetuados.

**Quinto Capítulo “Incertezas de Medição”:** é feita a abordagem à descrição teórica para a determinação e avaliação do erro e das incertezas. São identificados também os vários componentes da incerteza numa medição de micro caudal.

**Sexto Capítulo “Apresentação e Discussão dos Resultados”:** os resultados conseguidos nos vários ensaios e estudos executados são apresentados e discutidos.

**Sétimo Capítulo “Conclusões”:** são apresentadas as conclusões onde são evidenciados os pontos fulcrais do trabalho.



## **2. Enquadramento Teórico**

### **2.1. Metrologia**

A Metrologia é a ciência da medição, sendo fundamental nos setores da saúde, da economia, entre outros, estabelecendo uma infraestrutura tecnológica indispensável nas sociedades atuais. É a atividade responsável pela calibração de instrumentos de medição, garantindo a qualidade de um determinado produto ou serviço, bem como também um suporte de um sistema de medições fiáveis e única, garantido a rastreabilidade das medições ao SI de unidades [1].

A origem da Metrologia remonta a 3000 a.C. no Egito, e constou na formação de um padrão de medida determinado pelo comprimento do braço do Faraó, desde o seu cotovelo até à ponta do dedo médio estendido. O padrão era transferido e gravado numa placa de granito negro, sendo que passou a servir de medida de referência por todo o império [2].

A Metrologia ao longo dos anos mostrou-se cada vez mais importante na sociedade. Na atualidade, a Metrologia é das ciências mais relevantes para a Humanidade, pois existe nos mais diversos ramos, como por exemplo a saúde, economia, segurança, entre outros. É por intermédio desta ciência que a medição dos consumos domésticos como o gás, luz e a água pode ser efetuada [1].

A Metrologia contempla três atividades principais [1]:

1. A definição de unidades de medida internacionalmente aceites;
2. A realização das unidades de medida, por métodos científicos;
3. O estabelecimento de cadeias de rastreabilidade para garantir a exatidão de uma medição.

#### **Categorias de Metrologia**

A Metrologia divide-se em três categorias diferentes: a Metrologia Científica, a Metrologia Aplicada e a Metrologia Legal.

A Metrologia Científica tem como objetivo a organização e o desenvolvimento de padrões de medição, assim como a sua medição ao mais alto nível de qualidade, com a realização de padrões nacionais, participação em exercícios de comparação interlaboratorial com outros laboratórios primários e rastreabilidade dos padrões de referência. [3].

A Metrologia Aplicada tem como objetivo garantir o funcionamento apropriado dos instrumentos de medição utilizados na indústria, bem como nos processos de produção e ensaio. Assenta numa cadeia hierarquizada de padrões existentes em laboratórios e empresas, padrões que são rastreáveis a padrões primários (internacionais ou nacionais) [3].

A Metrologia Legal atua junto de todos os agentes económicos e do público em geral, fazendo cumprir a legislação aplicável aos vários tipos de instrumentos de medição que interferem nas transações comerciais, saúde, proteção ambiental, segurança e área fiscal [3].

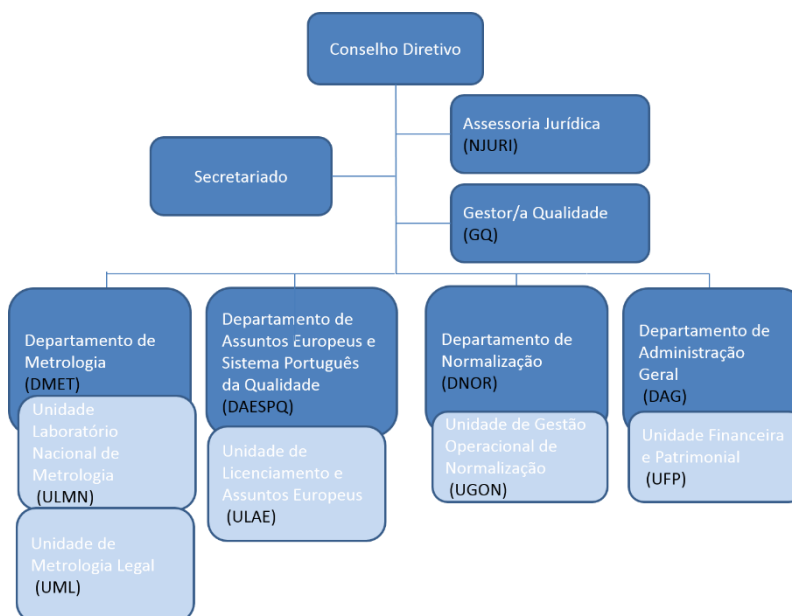
## 2.2. Instituto Português da Qualidade (IPQ)

O IPQ é um instituto público, incorporado na Administração indireta do Estado e tem como competências, a gestão, coordenação e desenvolvimento do Sistema Português da Qualidade (SPQ), numa perspetiva de integração de todos os elementos fundamentais para a melhoria da qualidade de produtos, de serviços e de sistemas da qualidade e da qualificação de pessoas, bem como a coordenação de atividades que destinam cooperar para comprovar a credibilidade da ação dos agentes económicos, como também o desenvolvimento das atividades necessárias às suas funções de Instituição Nacional de Metrologia e de Organismo Nacional de Normalização [4].

Ao IPQ, enquanto Organismo Nacional de Normalização cabe, nomeadamente, fomentar a elaboração de normas portuguesas, garantindo a coerência e atualidade do acervo normativo nacional e desenvolver o ajustamento de legislação nacional sobre produtos às normas da União Europeia [4].

Enquanto Instituição Nacional de Metrologia, cabe também assegurar o rigor e a exatidão das medições executadas, garantindo a sua comparabilidade e rastreabilidade, a nível nacional, bem como a nível internacional, e a realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões das unidades de medida [4].

Na figura 2.1 é apresentada a estrutura organizacional do IPQ.



**Figura 2.1 – Estrutura organizacional do IPQ [4]**

No DMET, na Unidade Laboratório Nacional de Metrologia (LNM), enquadrado na Área da Massa, Volume e Propriedades de Líquidos (AMVP), encontra-se o Laboratório de Volume e Caudal (LVC), laboratório onde se realizou a presente dissertação de mestrado. Na figura 2.2 está representado o organograma dos laboratórios do DMET.

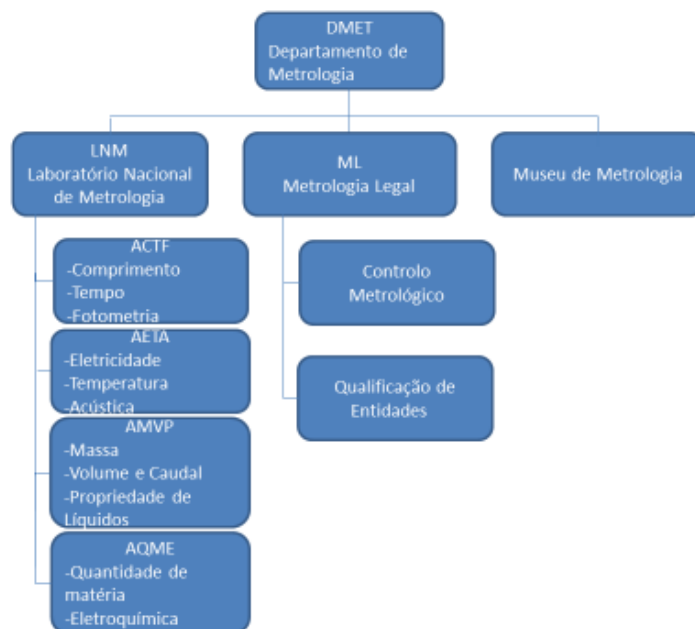


Figura 2.2 – Estrutura orgânica do DMET [4]

### 2.3. Laboratório de Volume e Caudal (LVC)

O LVC do IPQ pode ser considerado o nível mais alto da cadeia de rastreabilidade em Portugal na área de volume e micro caudal. Este proporciona serviços nas áreas de volume e caudal e garante a sua rastreabilidade ao SI através de padrões de massa e de temperatura. Outra das suas missões é participar nas comparações nacionais em colaboração com o Instituto Português de Acreditação (IPAC). O LVC tem as Capacidades de Medição e Calibração tem (CMC) publicadas na base de dados do *Bureau International des Poids et Mesures* (BIPM), obtidas através da participação com resultados satisfatórios em comparações internacionais. Adicionalmente, este laboratório tem vindo a desenvolver diversos trabalhos de validação e melhoramento dos métodos de calibração em parceria com algumas Universidades [5].

O LVC presta serviço à indústria química, transformadora, bem como a laboratórios analíticos e farmacêuticos. Este laboratório divide-se em três áreas: pequenos volumes e micro caudal e médio/grandes volumes [5].

No Laboratório de pequenos volumes e de micro caudal, apresentado na Figura 2.3, efetua-se a calibração de material volumétrico de vidro como pipetas, balões volumétricos, provetas, picnómetros,

buretas, seringas, bombas peristálticas, contadores de líquidos, instrumentos doseadores de fluídos, seringas perfusoras e analisadores de caudal [5].



**Figura 2.3 – Laboratório de pequenos volumes e micro caudal**

No Laboratório de médios e grandes volumes, apresentado na Figura 2.4, efetua-se a calibração de recipientes graduados e volumétricos até aos 5 000 L [5].



**Figura 2.4 – Laboratório de médios e grandes volumes**

## **2.4. Termos e Definições Metrológicas Utilizadas**

Os presentes termos metrológicos são proferidos no decorrer da dissertação. Em seguida, apresenta-se uma breve definição de cada um deles.

- **Calibração** – Operação que estabelece, sob condições especificadas, num primeiro passo, uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecidos por padrões e as indicações correspondentes com as incertezas associadas; num segundo passo, utiliza

esta informação para estabelecer uma relação visando a obtenção de um resultado de medição a partir de uma indicação [6].

- **Caudal mássico** – Massa de fluido que atravessa uma dada área por unidade de tempo [7].
- **Caudal volúmico** – Volume de fluido que atravessa uma dada área por unidade de tempo [7].
- **Coefficiente de expansão térmica cúbico do material** – Valor que caracteriza a variação do volume de um determinado material com a temperatura, a uma pressão constante [8]
- **Correção** – Compensação de um efeito sistemático estimado [6].
- **Densidade** – Razão entre a massa de um dado volume do líquido e a massa de igual volume de um líquido de referência e o seu símbolo é o “ $d$ ” [9].
- **Erro de medição** – Diferença entre o valor medido de uma grandeza e um valor de referência [6].
- **Erro máximo admissível** – Valor extremo do erro de medição, com respeito a um valor de referência conhecido, admitido por especificações ou regulamentos para uma dada medição, instrumento de medição ou sistema de medição [6].
- **Erro sistemático** – Componente do erro de medição que, em medições repetidas, permanece constante ou varia de maneira previsível [6].
- **Erro aleatório** – Componente do erro de medição que, em medições repetidas, varia de maneira imprevisível [6].
- **Fluido** – Substâncias que fluem e podem ser divididos em líquidos e gases. Os líquidos criam uma superfície livre, desta forma, quando em repouso apresentam uma superfície estacionária não determinada pelo recipiente que contém o líquido [10].
- **Grandeza** – Propriedade de um fenómeno de um corpo ou substância, que pode ser expressa quantitativamente sob a forma de um número e de uma referência [6].
- **Gravimetria** – Método de determinação da massa de água escoada ou contida no instrumento a calibrar [8].
- **Incerteza de medição** – Parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a uma mensuranda, com base nas informações utilizadas [6].
- **Instrumento de medição** – Dispositivo utilizado para realizar medições, individualmente ou associado a um ou mais dispositivos suplementares [6].

- **Massa Volúmica** – Razão entre a massa de dado volume e esse volume, dependente da temperatura e da pressão. O seu símbolo “ $\rho$ ” [9].
- **Material “In”** – Material marcado para conter, isto é, recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente contém, à temperatura de referência, quando é cheio até ao seu traço de referência [8].
- **Material “Ex”** – Material marcado para escoar, isto é, recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente escoa, à temperatura de referência, quando é cheio até ao seu traço de referência e depois é esvaziado [8].
- **Material volumétrico** – Material usado na medição de volume [8].
- **Medição** – Processo de obtenção experimental de um ou mais valores que podem ser, razoavelmente, atribuídos a uma grandeza [6].
- **Menisco** – Conexão entre o ar e o líquido a ser medido [6].
- **Mensuranda** – Grandeza que se pretende medir [6].
- **Método de medição** – Definição genérica de uma organização lógica de operações usadas na execução de uma medição [6].
- **Metrologia** – Ciência da medição e suas aplicações [6].
- **Padrão de medição primário** – estabelecido com auxílio de um procedimento de medição primário ou criado como um artefacto, escolhido por convenção [6].
- **Rastreabilidade metrológica** – Propriedade de um resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição [6].
- **Repetibilidade de medição** – Fidelidade ou precisão de medição sob um conjunto de condições de repetibilidade [6].
- **Reprodutibilidade de medição** – Fidelidade ou precisão de medição conforme um conjunto de condições de reprodutibilidade [6].
- **Resultado de medição** – Conjunto de valores atribuídos a uma mensuranda, juntamente com toda a outra informação pertinente disponível [6].
- **Sistema de medição** – Conjunto de um ou mais instrumentos de medição e frequentemente outros dispositivos, compreendendo, se necessário, reagentes e fontes de alimentação, montado e adaptado para estabelecer informações designadas à obtenção de valores medidos, dentro de intervalos especificados para grandezas de naturezas especificadas [6].

- **Unidade de medida** – Grandeza escalar real, definida e adotada por convenção, com a qual qualquer outra grandeza da mesma natureza pode ser comparada para expressar, na forma de um número, a razão entre as duas grandezas [6].
- **Valor nominal** – Valor arredondado ou aproximado de uma grandeza característica de um instrumento de medição ou um sistema de medição, o qual serve de guia para a sua utilização apropriada [6].
- **Volume** – No Sistema Internacional (SI) a unidade da grandeza derivada volume é o metro cúbico, m<sup>3</sup> [11].

## 2.5. Método Gravimétrico

De modo a se obter os resultados mais exatos possíveis e fiáveis, é necessário que os instrumentos de medição utilizados estejam calibrados, através de métodos apropriados, como é o caso do Método Gravimétrico, que é um método de elevada exatidão e de incerteza reduzida [12].

O Método Gravimétrico consiste na determinação do volume de líquido escoado ou contido no instrumento volumétrico a calibrar. Para isso, efetua-se uma pesagem do recipiente vazio, sendo este de seguida pesado novamente cheio. A diferença entre as duas pesagens permite-nos obter a massa escoada ou contida do instrumento de medição [12].

Para a aplicação do método gravimétrico não são necessárias estruturas específicas, mas deve-se controlar a temperatura do local, onde se efetuam as medições, deve ser estável ( $20 \pm 3$ ) °C. Por último deve-se ter em atenção a limpeza da superfície interna dos instrumentos e recipientes de pesagem, porque uma impureza ou um resto de resíduo influencia o resultado da medição [13].

### 2.5.1. Cálculo do Volume

O volume de líquido é determinado com a seguinte Equação 2.1, de acordo com a NP EN ISO 4787 (2011) [12]:

$$V_0 = (I_L - I_E) \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(T - T_0)] \quad \text{Equação 2.1}$$

Onde:

$V_0$  – Volume à temperatura de referência  $T_0$ , mL;

$I_L$  – Resultado da pesagem com o recipiente cheio com água, g;

$I_E$  – Resultado da pesagem com o recipiente vazio, g;

$\rho_W$  – Massa volúmica da água, g/mL;

$\rho_A$  – Massa volúmica do ar, g/mL;

$\rho_B$  – Massa volúmica de referência das massas da balança, g/mL;

$\gamma$  – Coeficiente de expansão térmica do material do recipiente, °C<sup>-1</sup>;

$T$  – Temperatura da água utilizada na calibração, °C;

$T_0$  – Temperatura de referência, °C.

## 2.6. Medição de Caudal

Para se proceder às transações comerciais de forma justa e rigorosa, é essencial a medição rigorosa dos consumos domésticos de água e gás. A medição do caudal pode ser efetuada pelo método estático ou dinâmico [14].

### 2.6.1. Método Estático

O método estático é baseado na medição de um determinado volume a um determinado caudal predefinido, aqui são calibrados/analísados contadores de fluidos [14].

### 2.6.2. Método Dinâmico

O método dinâmico fundamenta-se na determinação do volume/massa por unidade de tempo. Aqui são calibrados/analísados caudalímetros. Este é dividido em caudal volumétrico e caudal mássico [14].

No caudal volumétrico (Equação 2.2), este é definido como a passagem de um determinado volume do fluido durante um determinado tempo. Enquanto no caudal mássico (Equação 2.3), este é definido como a passagem de uma determinada massa do fluido durante um determinado tempo [14].

$$Q_v = \frac{V_0}{t} \quad \text{Equação 2.2}$$

$$Q_m = \frac{m}{t} \quad \text{Equação 2.3}$$



### **3. Caraterização dos Caudalímetros de Líquidos (Sistema Padrão com o Caudalímetro)**

#### **3.1. Contador**

O contador é um instrumento de medição utilizado para medir de forma contínua e mostrar o volume de líquido que passa através do mesmo. Este é composto por um transdutor da medição, calculador (incluindo um dispositivo de regulação/correção, caso exista) e um dispositivo indicador [15].

Por exemplo, a existência do contador de água possibilita cobrar ao utilizador a água por ele consumida, de forma justa. Assim como, uma utilização mais eficiente da água que é imprescindível para a preservação do indispensável recurso natural. Em baixo estão descritos dois tipos de contador: um contador volumétrico e de velocidade [16].

##### **3.1.1. Contador Volumétrico**

Um contador de água volumétrico (Figura 3.1) tem como princípio de funcionamento a passagem de água de forma contínua, por uma câmara de medição. O interior dessa câmara contém um êmbolo rotativo ou anel, que mede efetivamente todo o volume de água que o atravessa, do que resulta uma exatidão elevada. O movimento do êmbolo transmite ao dispositivo indicador o transporte de um determinado volume de água, obtendo-se assim a contagem. O êmbolo é movido pela menor quantidade de água que passe, exceto as pequenas fugas devidas às folgas que como em qualquer dispositivo mecânico, são necessárias para permitir o movimento [17] e [18].



**Figura 3.1 – Contador volumétrico JV 400 [18]**

### 3.1.2. Contador de Velocidade

Um contador de velocidade é outro instrumento de medição cujo o princípio de funcionamento é baseado num elemento móvel colocado em movimento diretamente pela velocidade de escoamento da água e segundo o qual movimento é transmitido ao dispositivo indicador. O contador de velocidade pode ser qualificado em mecânico ou estático [17] e [18].

O funcionamento dos contadores mecânicos é baseado no movimento de uma turbina (ou hélice), devido ao facto de ser provocado pela passagem da água. Este tipo de contadores são construídos de modo a que a transmissão desse movimento ao dispositivo indicador, seja diretamente relacionada com o volume de água passado. Os contadores mecânicos (Figura 3.2) podem ser do tipo: turbina mono-jacto, turbina multijacto ou do tipo “Woltmann” (hélice) [17] e [18].



Figura 3.2 – Contador mono-jacto JM 300 [18], Contador multi-jacto JT 200 [18] e Contador Woltmann DN 40 [19]

## 3.2. Analisadores de Sistemas Perfusores

Existem muitos pacientes hospitalizados que recebem através de seringas de perfusão e bombas peristálticas a administração de fármacos por via intravenosa (IV). Estes dispositivos são bastante utilizados em clínicas, como uma ferramenta fundamental para a prestação de cuidados intensivos e tratamento de dor. Estes instrumentos possuem a capacidade de alimentar, hidratar e medicar o doente [20].

Os aparelhos do tipo *infusion device analyzer* (IDA) são utilizados para testar seringas perfusoras e bombas peristálticas relativamente ao caudal volúmico e à pressão de oclusão. Os IDA são muito importantes devido ao facto de poderem verificar rapidamente o desempenho dos instrumentos doseadores de líquidos.

De seguida apresenta-se dois exemplos: IDA 4 Plus e IDA-2 Plus.

### 3.2.1. IDA 4 Plus

O IDA 4 Plus (Figura 3.3) pode testar até quatro seringas de perfusão ou bombas peristálticas, simultaneamente [21].

Este dispositivo, de forma a garantir a exatidão e minimizar o risco de ocorrer um erro humano no decorrer do teste do sistema de perfusão, utiliza a tecnologia fundamental de medição integrado com componentes electrónicos sofisticados. O IDA 4 Plus apresenta os resultados diretamente no visor, sem necessidade de estar ligado ao computador [21]. As especificações técnicas podem-se ver na Tabela 3.1.



Figura 3.3 – IDA 4 Plus

Tabela 3.1 – Especificações técnicas do IDA 4 Plus [21]

Caraterísticas	Alcance
Caudal Volúmico	0,5 mL/h a 1000 mL/h
Pressão de Oclusão	0 a 310 kPa (45 psi ou 3,1 bar)

### 3.2.2. IDA-2 Plus

O IDA-2 Plus é uma versão mais antiga que o IDA 4 Plus, mas tal como o IDA 4 Plus é um dispositivo portátil que rapidamente avalia as operações da maioria das bombas peristálticas e seringas perfusoras. O IDA-2 Plus (Figura 3.4) apenas testa uma seringa de perfusão ou bomba peristáltica de cada vez, ao contrário da mais recente que testa até quatro de uma vez. As especificações técnicas podem-se ver na Tabela 3.2.



**Figura 3.4 – IDA-2 Plus**

**Tabela 3.2 – Especificações técnicas do IDA-2 Plus [22]**

Caraterísticas	Alcance
<b>Caudal Volúmico</b>	0,5 mL/h a 1 000 mL/h
<b>Pressão de Oclusão</b>	0 a 240 kPa (34,5 psi ou 2,4 bar)

### 3.3. Caudalímetros

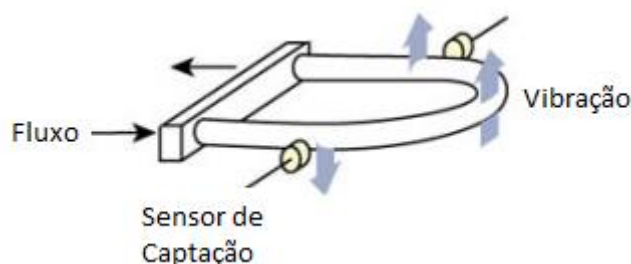
Existe também outros instrumentos de medição de caudal designados de caudalímetros. Estes têm como finalidade indicar o caudal instantâneo que passa numa conduta, medindo diretamente a velocidade de passagem do fluido. Os caudalímetros possuem um mostrador, analógico ou digital, onde é indicado o valor instantâneo do caudal. É importante mencionar, que se um caudalímetro for equipado com um dispositivo totalizador capaz de anexar os diversos valores de caudal, ao longo de um período de tempo, e de os acumular, de forma a permitir leituras intervaladas, então o caudalímetro funciona como um contador [18].

#### 3.3.1. Caudalímetro Coriolis

O caudalímetro de Coriolis funciona por aplicação de uma força vibratória de um tubo curvo (Figura 3.5), pelo qual o fluído passa. O efeito Coriolis gera uma força em ambas as direções perpendiculares ao tubo: a vibração e sentido da corrente. Esta força é medida para obter o caudal mássico [23].

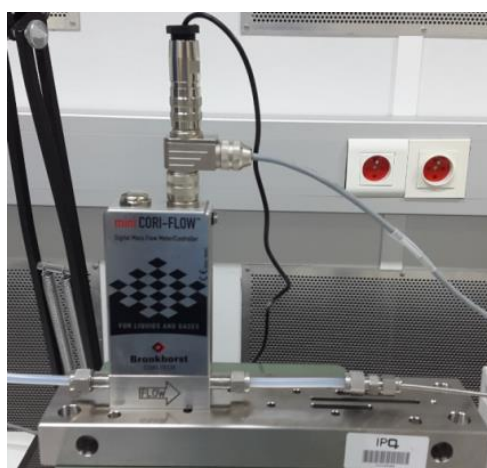
Gaspard-Gustave Coriolis, um cientista francês, foi quem definiu que o Efeito de Coriolis se observa num sistema de referência em rotação, quando um corpo em movimento em relação ao referido sistema de referência. Nos anos setenta o Efeito de Coriolis, começou a ser utilizado para aplicações em medidores de caudal de massa [23].

Os caudalímetros de Coriolis são mais utilizados em processos industriais, como por exemplo em fábricas de produtos químicos, o mercado de petróleo e na indústria de alimentos e bebidas [23].



**Figura 3.5 – Esquema de um sensor de fluxo de Coriolis [23]**

O caudalímetro de Coriolis utilizado neste projeto foi o modelo M12 *mini CORI-FLOW* da *Bronkhorst Cori-Tech* (Figura 3.6). Este encontrava-se conectado a um computador, sendo possível recolher os dados das suas medições com o *software FlowPlot*. As especificações técnicas encontram-se descritas na Tabela 3.3.



**Figura 3.6 – Caudalímetro M12 *mini CORI-FLOW* da *Bronkhorst Cori-Tech***

**Tabela 3.3 – Especificações técnicas do caudalímetro de Coriolis da *Bronkhorst Cori-Tech* [23]**

Extensão de caudal	
<b>Escala mínima completa</b>	5 g/h
<b>Caudal nominal</b>	100 g/h
<b>Escala máxima completa</b>	200 g/h
<b>Caudal mínimo</b>	0,1 g/h

O caudalímetro de Coriolis é o instrumento de medição que ao longo da dissertação se utiliza para a realização de ensaios, cujos resultados irão permitir garantir a rastreabilidade das medições ao SI e ainda a calibração destes equipamentos no LNM.

### 3.4. Sistema Padrão

No LVC, mais especificamente no Laboratório de pequenos volumes e micro caudal, existem dois sistemas padrão distintos, um para medição de micro caudais (0,006 – 20) mL/h (Figura 3.7) e outro sistema para micro caudais com o alcance (20 – 600) mL/h (Figura 3.8). No que diz respeito aos subcapítulos seguintes apresentam os equipamentos e *software* em que é composto o sistema padrão.

Existem três elementos principais numa calibração gravimétrica de caudal (massa por unidade de tempo), são eles: um gerador de caudal, a balança e o sistema de aquisição de dados (*Labview*).

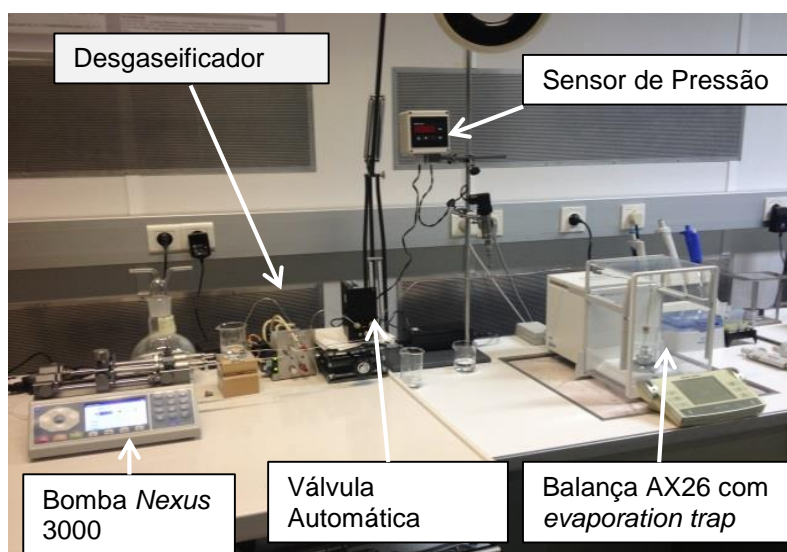


Figura 3.7 – Sistema padrão para medição de micro caudais (0,006 – 20) mL/h

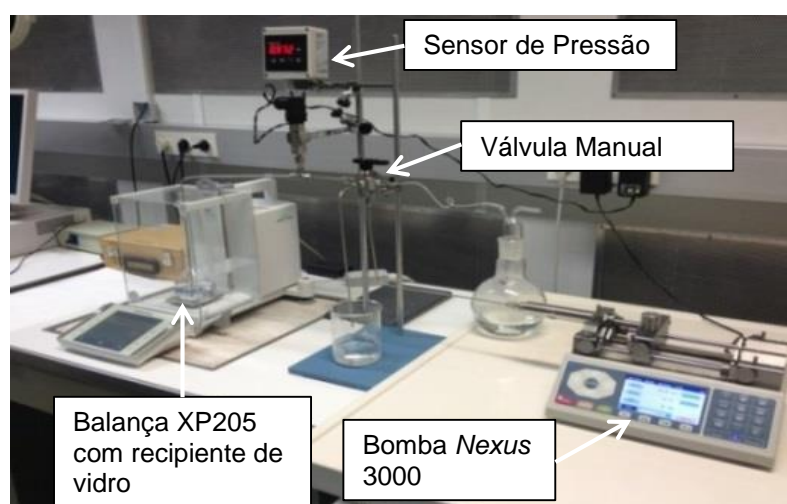


Figura 3.8 – Sistema padrão para medição de micro caudais (20 – 600) mL/h

### 3.4.1. Componentes dos Sistemas

#### ➤ Gerador de Caudal

O gerador de caudal selecionado foi a *Syringe Pump* modelo *Nexus 3000* da *Chemyx*, devido ao seu alcance de caudal bastante alargado, bem como um caudal estável e contínuo. A capacidade da seringa deve ser escolhida em função do caudal pretendido.

O gerador de caudal tem capacidade de infusão/retirar, o que permite encher as seringas, de forma automática. Tem ainda outra vantagem de se poder usar duas seringas em simultâneo.

#### ➤ Seringas de Vidro

As seringas utilizadas para a presente dissertação foram seringas de vidro, com os seguintes volumes: 5 mL, 10 mL e 25 mL, porque permitem detetar a possível presença de bolhas de ar no seu interior. Se tal ocorrer deve-se encher novamente de modo a não ter bolhas, dado que uma bolha de ar origina uma grande perturbação durante um ensaio.

#### ➤ Tubagem

A tubagem escolhida foi de aço inoxidável com um coeficiente de expansão térmico baixo e uma taxa de absorção quase nula. Desta forma, foi possível diminuir a deformação do material da tubagem quando este é submetido a variações de temperatura.

Relativamente ao diâmetro da tubagem foi escolhida a 1/16" (~1,59 mm) para o padrão de medição de micro caudais entre 0,006 mL/h e 20 mL/h e diâmetro 1/8" (~3,18 mm) para o padrão de medição de micro caudais no intervalo de 20 mL/h a 600 mL/h [24].

#### ➤ Válvula

Para o sistema padrão para medição de micro caudais entre (0,006 – 20) mL/h utilizou-se uma válvula de controlo automático, de maneira a automatizar o sistema e reduzir a influência do operador. Neste caso, a válvula escolhida foi o modelo *Intellect II* da *Kloehn Company*.

Para o sistema padrão de micro caudais no intervalo de valores de caudal (20 – 600) mL/h utilizou-se a válvula de distribuição de controlo manual. Neste caso, a válvula escolhida foi uma válvula de distribuição de cinco vias da *swagelok*.

#### ➤ Desgaseificação

O sistema de desgaseificação de água utilizado foi o modelo *Vacuum Degassing Chambers* da *Systec*. O processo de desgaseificação da água tem como objetivo eliminar as bolhas de ar no momento em que se enchem as seringas. O fluido utilizado no laboratório de pequenos volumes é água ultrapura produzida por um sistema Millipore no próprio laboratório.

### ➤ **Sensor de Pressão**

O sensor de pressão utilizado foi o modelo *UNIK 5000* da *General Electric* (GE). É composto por um sensor de medição de pressão para líquidos e um mostrador da *Nokeval*. A instalação deste permite verificar a pressão no interior da tubagem, exercida pelo fluido quando o sistema está em carga.

### ➤ **Instrumento de Pesagem – Balança**

A balança é um dos elementos principais numa calibração gravimétrica de caudal. O seu intervalo de medição, a sua incerteza e resolução, devem estar adequados ao intervalo de medição necessário. Neste projeto, foram escolhidas as balanças marca *Mettler Toledo*, modelo *AX26 Comparator* e modelo *XP205*.

As duas balanças encontravam-se conectadas a um computador, sendo possível recolher os dados das medições de massa das mesmas com uma aplicação em *LabVIEW* (*Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench*).

#### ○ **Balança *Mettler Toledo AX26 Comparator***

A balança *Mettler Toledo* modelo *AX26 Comparator* foi escolhida para realizar os ensaios de caudal no intervalo de 1 mL/h a 20 mL/h ao caudalímetro de Coriolis. Esta escolha baseou-se no facto de ser a balança com melhor resolução, de 0,000001 g. O recipiente de pesagem utilizado nesta balança é um copo de vidro com capacidade de 6 mL.

#### ○ **Balança *Mettler Toledo XP205***

A balança *Mettler Toledo* modelo *XP205* foi escolhida para realizar os ensaios de caudal no intervalo 1 mL/h a 100 mL/h ao caudalímetro de Coriolis. Esta balança tem uma resolução de 0,00001 g e tem uma capacidade máxima maior do que a balança modelo *AX26*, o que permite efetuar ensaios de caudais maiores. O recipiente de pesagem utilizado nesta balança é um copo de vidro com capacidade de 150 mL.

### ➤ **Controlo de Evaporação**

É importante salientar, que a evaporação pode ter efeitos negativos no que diz respeito a um ensaio de micro caudal, dada a sua elevada interferência nos resultados obtidos. Ao longo da recolha da amostra na balança o fenómeno de evaporação é maior, devido ao facto de estar em grande contacto com o ar.

Ambas as balanças possuem um compartimento de pesagem fechado, o que permite a redução da evaporação. Para que haja uma redução maior desse fenómeno, foi colocado na balança *Mettler Toledo AX26 Comparator* em particular, um sistema de controlo de evaporação designado por *evaporation trap* (Figura 3.9). Este sistema desenvolve a saturação do ar envolvente ao recipiente de



pesagem. Segundo a norma ISO 8655 para a calibração de micropipetas, este sistema é recomendado por ter bons resultados, conseguindo minimizar até 59 vezes o efeito de evaporação [25].

Relativamente à balança XP205 não possui nenhum sistema de controlo de evaporação por não ser possível a sua instalação. Deste modo, para diminuir a área exposta ao ar, é utilizado no recipiente de pesagem uma tampa de plástico e é colocada uma folha de alumínio para cobrir, existindo apenas um furo no centro para possibilitar a entrada do tubo (Figura 3.10).



Figura 3.9 – Recipiente de pesagem com a *evaporation trap* da balança *Mettler Toledo AX26 Comparator*



Figura 3.10 – Recipiente de pesagem da balança *Mettler Toledo XP205*

### 3.4.2. Aquisição de Dados do Sistema Padrão

A aquisição de dados do sistema padrão é feita através da conexão da balança a um computador, com recurso a uma aplicação em *LabVIEW*.

#### 3.4.2.1. *LabVIEW*

O *LabVIEW* (Figura 3.11) é um *software* base de linguagem de programação da *National Instruments*. Este é um meio de desenvolvimento flexível que assegura todas as ferramentas que engenheiros e cientistas precisam para projetar e promover sistemas de medição e controle [26].

A aquisição de dados é uma das muitas aplicações, tem como finalidade facilitar o desenvolvimento de uma enorme gama de aplicações. O *LabVIEW* é denominado de um sistema de desenvolvimento voltado para a resolução de problemas, produtividade acelerada e inovação contínua,

tudo isto beneficia a aquisição de resultados mais rapidamente. É um programa útil no que diz respeito ao desenvolvimento de uma vasta gama de aplicações, visto que a sua programação é simples e de fácil compreensão, quando é comparado com outros sistemas análogos [26].

Uma grande vantagem de usar o *LabVIEW* é automatizar a aquisição e o tratamento de dados, economizando tempo eliminando as ineficiências do processo, como por exemplo a aquisição manual de dados.

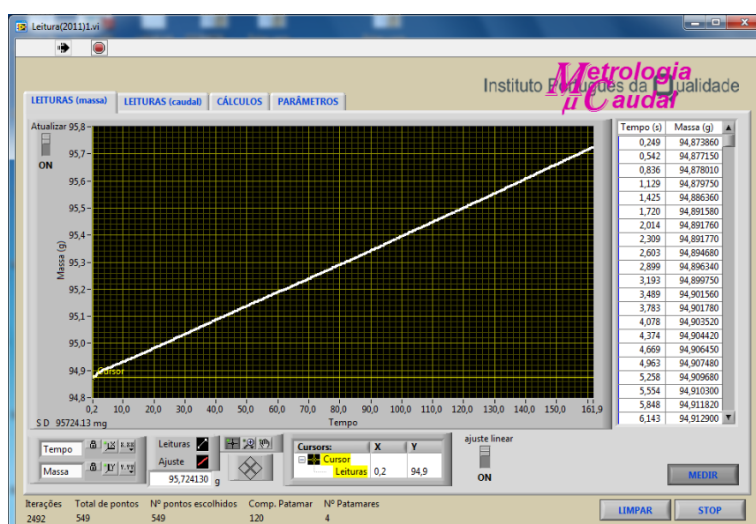


Figura 3.11 – Aquisição de dados com a aplicação em *LabVIEW*

### 3.5. Sistema Padrão de Medição de Micro Caudais com o Caudalímetro

Neste subcapítulo estão apresentados os componentes dos dois sistemas padrão distintos, com o caudalímetro e o *software* utilizado pelo caudalímetro para aquisição de dados.

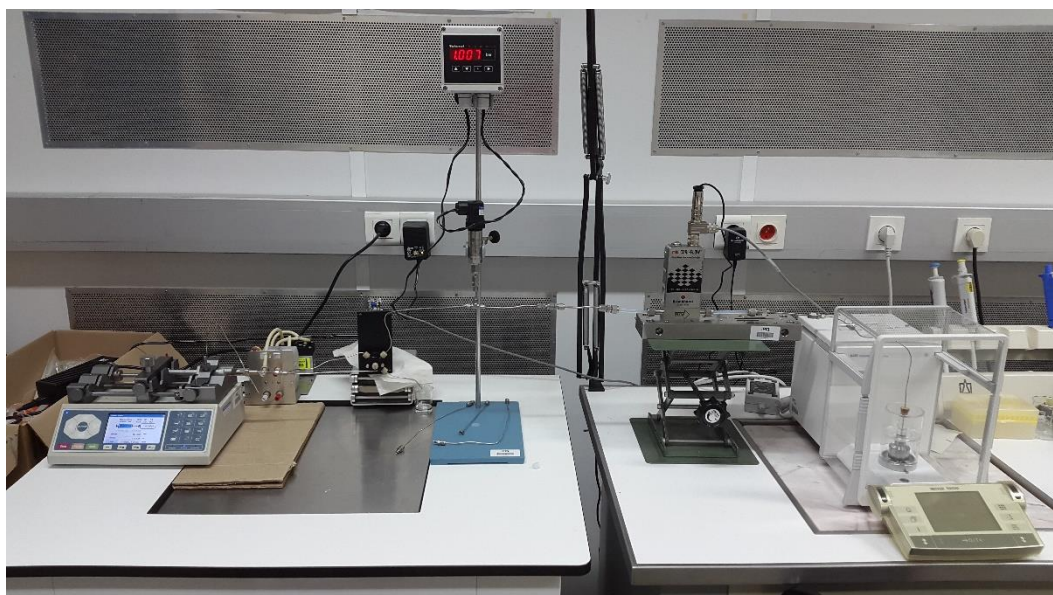
#### 3.5.1. Componentes do Sistema Padrão de Medição de Micro Caudais com o Caudalímetro

##### 3.5.1.1. Sistema Padrão com o Caudalímetro e a Balança *Mettler Toledo AX26 Comparator*

Em síntese, na Figura 3.12 está representada a montagem final do sistema. Abaixo estão apresentados os seguintes componentes:

- Caudalímetro de Coriolis – M12 *mini CORI-FLOW*;
- Gerador de Caudal – *Nexus 3000*;
- Seringas em vidro;
- Tubagem – 1/16” em aço inoxidável;
- Válvula automática de 5 vias – *Intellect II*;

- Desgaseificador – *Vacuum Degassing Chambers*;
- Recipiente com o líquido de calibração – copo de vidro com capacidade 150 mL;
- Recipiente de purga – copo de vidro com capacidade 25 mL;
- Sensor de pressão (sensor e mostrador) – *UNIK 5000* e *Nokeval*, respetivamente;
- Balança – *Mettler Toledo AX26 Comparator*;
- Recipiente de pesagem – copo de vidro com capacidade 6 mL;
- Sistema de controlo de evaporação – *Evaporation trap*;
- *Software* de aquisição de dados – *LabVIEW* e *FlowPlot*;
- Computador de apoio.



**Figura 3.12 – Sistema padrão com o caudalímetro e a balança *Mettler Toledo AX26 Comparator***

### **3.5.1.2. Sistema Padrão com o Caudalímetro e a Balança *Mettler Toledo XP205***

Em síntese, na Figura 3.13 está representada a montagem final do sistema muito parecido com o anterior, apenas não utiliza o desgaseificador e o sensor de pressão. Abaixo estão apresentados os seguintes componentes:

- Caudalímetro de Coriolis – *M12 mini CORI-FLOW*;
- Gerador de Caudal – *Nexus 3000*;
- Seringas em vidro;
- Tubagem – 1/18” em aço inoxidável;
- Válvula manual de 5 vias – *swagelok*;

- Recipiente de purga – copo de vidro com capacidade de 600 mL;
- Recipiente com o líquido de calibração – copo de vidro com capacidade 400 mL;
- Balança – *Mettler Toledo* XP205;
- Recipiente de pesagem – copo de vidro com capacidade 150 mL;
- *Software* de aquisição de dados – *LabVIEW* e *FlowPlot*;
- Computador de apoio.



Figura 3.13 – Sistema padrão com o caudalímetro e a balança *Mettler Toledo* XP205

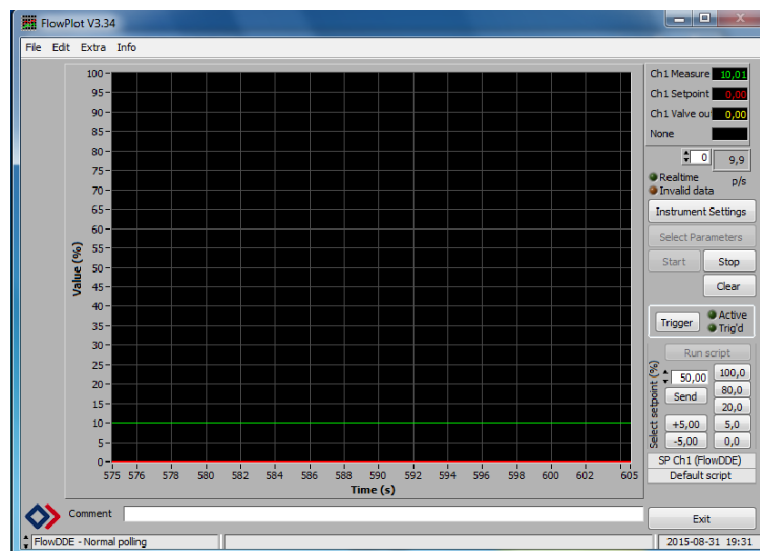
### 3.5.2. Aquisição de Dados do Caudalímetro

A aquisição de dados do caudalímetro é feita através da conexão do caudalímetro a um computador, com recurso ao *software FlowPlot*.

#### 3.5.2.1. *FlowPlot*

O *FlowPlot* (Figura 3.14) é uma aplicação de *software* utilizada para fins de monitoramento e de serviços em instrumentos digitais *Bronkhorst*. Ele possui uma boa perspetiva no comportamento dinâmico de caudalímetros, permite o ajuste de configurações do instrumento, como por exemplo, alarme e parâmetros do caudalímetro [27].

*FlowPlot* depende do *software FlowDDE* para a comunicação com o instrumento. O seu funcionamento pormenorizado encontra-se no anexo I.



**Figura 3.14 – Aquisição de dados com o software *Flowplot***

Durante um ensaio com o caudalímetro, o software *Flowplot* adquire o volume em % e o tempo em s, para finalizar a aquisição de dados/ensaio carrega-se no “STOP”, cria automaticamente um ficheiro TXT com os valores do volume e do tempo do ensaio realizado. Por último o tratamento dos dados é realizado numa folha em Excel.



## 4. Procedimento Experimental

Ao longo deste capítulo, numa primeira fase é referido o procedimento de calibração de balanças, de seguida vão ser descritos todos os procedimentos experimentais de calibração de diversos instrumentos volumétricos, dando maior relevância aos procedimentos que constaram durante a formação designada “Calibração, Utilização e Manutenção de Equipamento Volumétrico”, realizado no LNM. Numa fase seguinte, serão referidos os procedimentos experimentais de calibração dos instrumentos doseadores de líquidos, calibração de caudalímetros e por último o estudo realizado à evaporação.

### 4.1. Calibração de Balanças

Neste subcapítulo são mencionados os equipamentos, condições de referência, modo operativo e procedimento de calibração de balanças. Para uma calibração com utilização do método gravimétrico, é muito importante que as balanças estejam calibradas. A calibração de uma balança deve ser realizada uma vez por ano.

#### 4.1.1. Equipamentos e Instrumentos de Medição [28]

##### ➤ Massas Padrão

As massas padrão utilizadas devem estar devidamente calibradas.

##### ➤ Termohigrómetro

O termohigrómetro é o equipamento usado para medir a humidade relativa e a temperatura do ar. Este deve estar devidamente calibrado. Para a humidade relativa deve possuir uma resolução igual ou inferior a 1 % e incerteza igual ou inferior 5 %. Para a temperatura, deve ter o alcance adequado ao intervalo de medição, apresentando uma resolução igual ou inferior 0,1 °C, uma incerteza igual ou inferior a 0,1 °C.

##### ➤ Barómetro

O barómetro é utilizado para medição da pressão atmosférica e deve estar devidamente calibrado, ter uma resolução inferior ou igual a 1 hPa e uma incerteza inferior ou igual a 2 hPa.

#### 4.1.2. Condições de Referência [28]

As condições ambientais do laboratório durante a realização de uma calibração de uma balança devem ser estáveis. Para garantir a estabilização da temperatura das massas padrão, é necessário que estas assim como a balança a calibrar, estejam na sala onde vai ser efetuada a calibração com a temperatura controlada para que se atinja o equilíbrio com a temperatura ambiente.

### **4.1.3. Modo Operatório [28]**

#### **4.1.3.1. Manuseamento**

É de destacar, para que não ocorra qualquer tipo de contaminação ou variação de temperatura que possa constituir erros no resultado das calibrações, o operador deve utilizar uma pinça para manusear as massas. Caso o uso das pinças não seja possível, devido às dimensões das massas padrão, o operador deve calçar luvas de algodão limpas e manusear as massas o menor tempo possível.

#### **4.1.3.2. Pesagem**

De maneira a conseguir uma medição com maior precisão, alguns fatores com maior relevância devem ser considerados, tais como:

- A balança deve estar nivelada e calibrada;
- Evitar colocar as mãos no seu interior e utilizar pinças anti-estáticas para manusear o recipiente;
- A leitura só deverá ser registada 10 segundos após a indicação de estabilidade (ver manual da balança);
- Colocar sempre as massas para calibração no centro do prato de pesagem.

#### **4.1.3.3. Limpeza**

Para realizar a limpeza das balanças a calibrar é essencial seguir as instruções fornecidas pelo fabricante, a limpeza das massas padrão deve ser feita com papel absorvente ou um borrifador, para que não haja modificações das propriedades da superfície das mesmas.

### **4.1.4. Procedimento Experimental da Calibração de Balanças [28]**

Em baixo está enumerado o procedimento da calibração de balanças.

- **Ensaio prévios**
  1. Conferir o nivelamento, o estado da limpeza e efetuar a calibração interna à balança seguindo as instruções do fabricante;
  2. Escolher pelo menos cinco valores de massa, que estejam regularmente distribuídos ao longo do intervalo de medição da balança a calibrar;
  3. A sequência de calibração da balança é da massa com maior valor para a massa de menor valor.



➤ **Ensaio de repetibilidade**

1. Realizar no mínimo cinco ensaios para cada valor de massa selecionado, sendo sempre necessário que a balança seja colocada a zero antes de ser efetuada uma medição. Para massas superiores a 100 kg poderá realizar-se apenas 3 ensaios;
2. Registrar a temperatura no início e no fim dos ensaios;
3. Após as medições, determinar o erro de indicação (diferença entre a média do valor indicado pela balança e o valor de referência da massa utilizada) e a incerteza da repetibilidade para cada valor de massa selecionado.

➤ **Ensaio de excentricidade**

1. Efetuar uma medição em 5 diferentes posições do prato da balança (ver Figura 4.1) com uma massa igual ou superior a um terço do alcance máximo da balança ( $m_{max}$ );
2. A primeira posição é medida no início e no fim do ciclo, sendo utilizado o valor médio;
3. Após as medições, determinar a incerteza-padrão da excentricidade para cada valor de massa selecionado.

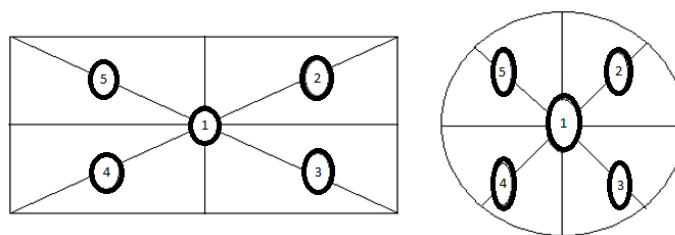


Figura 4.1 – Posição da massa no ensaio de excentricidade numa balança retangular e circular, respetivamente

## 4.2. Calibração de Instrumentos Volumétricos pelo Método Gravimétrico

Neste subcapítulo são descritos equipamentos, condições de referência, modo operativo e procedimento de calibração para diversos instrumentos volumétricos, acompanhando o procedimento técnico: “Calibração de material volumétrico por gravimetria”. Para a realização da calibração destes instrumentos é considerado o método estático, (descrito na secção 2.6.1).

### 4.2.1. Equipamentos [8]

➤ **Balança**

A escolha da balança vai depender do alcance, incerteza e da resolução adequada ao intervalo de medição pretendido e deve estar calibrada como se descreve no subcapítulo 4.1 – Calibração de Balanças.

➤ **Termómetro**

O termómetro usado para medir a temperatura do líquido, deve ter o alcance adequado ao intervalo de medição. Deve possuir uma resolução igual ou inferior 0,1 °C, uma incerteza igual ou inferior a 0,1 °C e estar corretamente calibrado.

➤ **Termohigrómetro**

O termohigrómetro é o equipamento usado para medir a humidade e temperatura do ar, deve estar devidamente calibrado, para a humidade deve possuir uma resolução igual ou inferior a 1 % e incerteza igual ou inferior 5 %. Para a temperatura, deve ter o alcance adequado ao intervalo de medição, apresentando uma resolução igual ou inferior 0,1 °C, uma incerteza igual ou inferior a 0,1 °C.

➤ **Barómetro**

O barómetro é utilizado para medição da pressão atmosférica e deve estar devidamente calibrado, ter uma resolução inferior ou igual a 1 hPa e uma incerteza inferior ou igual a 2 hPa.

➤ **Cronómetro**

O cronómetro usado deve possuir uma resolução inferior ou igual a 1 s.

➤ **Líquido de calibração**

O líquido de calibração que é utilizado para efetuar calibrações no LVC é a água ultrapura, o líquido deve estar à temperatura ambiente e ter uma pureza adequada, devendo ser destilada. A sua condutividade elétrica deve ser inferior a 5,0 µS/cm.

➤ **Recipiente de pesagem**

O recipiente de pesagem deve conter uma capacidade adequada à quantidade de água a pesar.

#### **4.2.2. Condições de Referência**

##### **4.2.2.1. Condições Ambientais [8]**

As condições ambientais do laboratório durante a realização de um ensaio devem ser seguintes:

- Humidade relativa entre os 30 % e 80 %;
- Temperatura ambiente do laboratório entre 17 °C e 23 °C;
- Pressão atmosférica entre 920 hPa e 1080 hPa;
- A temperatura da água deve estar à temperatura ambiente e a sua variação não deve ser superior a 0,5 °C.

Nota: Para equipamentos de volume inferior a 10 mL, a humidade relativa deve ser superior a 50 %.

#### **4.2.2.2. Estabilização da Temperatura [8]**

A estabilização da temperatura é outro fator muito importante a ter em conta, pois é essencial que a água contida no instrumento a calibrar esteja à mesma temperatura que esse instrumento.

Para assegurar a estabilização, 12 horas antes da realização da calibração é necessário que o instrumento a calibrar bem como a água que se vai utilizar na sua calibração sejam colocados numa sala de pesagem com uma temperatura controlada a  $(20 \pm 3) ^\circ\text{C}$ , para que se atinja o equilíbrio térmico com a temperatura ambiente.

Um dos fatores mais importantes para garantir a exatidão das calibrações realizadas é uma correta medição da temperatura da água, pelo que essa medição tem de ser feita de forma muito rigorosa e utilizando os termómetros adequados e devidamente calibrados.

#### **4.2.3. Modo Operatório**

##### **4.2.3.1. Limpeza [8]**

Um recipiente quer seja de vidro ou de metal, para ser calibrado no LVC deverá encontrar-se limpo para não influenciar os resultados da calibração, caso contrário, deve-se proceder à limpeza do mesmo. A limpeza dos instrumentos a calibrar, deve ser realizada utilizando primeiramente um agente de limpeza (detergente desengordurante), de seguida aplicar etanol e acetona. Posteriormente os instrumentos devem ser enxaguados abundantemente com água destilada.

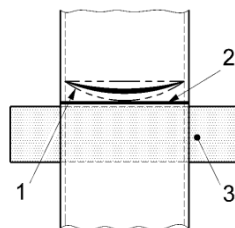
Por fim, depois de enxaguados, os recipientes devem ser devidamente secos ao ar livre e caso seja preciso realizar a calibração imediatamente após a limpeza, o instrumento deve ser adequadamente seco com auxílio do ar comprimido.

##### **4.2.3.2. Menisco [8]**

A leitura do menisco é experimentalmente um passo decisivo no que diz respeito à calibração, bem como na medição de volume em qualquer instrumento volumétrico que é utilizado em laboratório. Contudo, para que não ocorram erros de leitura do operador deve ser efetuada de forma correta.

O ajuste do menisco deve ser executado de maneira a que o seu ponto inferior fique horizontalmente tangente ao plano superior da linha de referência ou traço de graduação, mantendo assim o plano de visão simultâneo com esse plano. A Figura 4.2 ilustra a maneira correta de leitura do menisco.

É de salientar que a textura, a iluminação e a cor da parede por detrás do instrumento a calibrar devem ser adequadas a uma perfeita visualização do perfil do menisco. Caso não existam estas situações, para uma melhor leitura do menisco, pode-se utilizar uma folha de papel escura por detrás do instrumento volumétrico.



**Figura 4.2 – Ajuste do menisco [8]**

**Legenda:**

- 1 – Menisco do líquido
- 2 – Linha de referência ou traço de graduação
- 3 – Papel escuro

#### **4.2.3.3. Manuseamento do Equipamento**

É de destacar, para que não ocorra qualquer tipo de contaminação ou variação de temperatura que possa constituir erros no resultado das calibrações, o operador deve utilizar luvas de algodão limpas e mover o instrumento volumétrico apenas acima do traço de referência ou, somente quando tal for impossível, movê-lo o mínimo possível [8].

#### **4.2.3.4. Pesagem**

Esta é uma das fases principais na calibração de instrumentos volumétricos por gravimetria, deste modo, também é uma das fases que requer um maior rigor. De maneira a conseguir uma medição com maior precisão, alguns fatores com maior relevância devem ser considerados, tais como [8]:

- A balança deve estar nivelada e calibrada;
- Abrir apenas um dos lados da câmara de pesagem, para colocar o objeto a pesar no centro do prato de pesagem. A câmara deverá estar fechada no momento da pesagem;
- Caso a balança esteja sem utilização por tempo superior a 30 minutos, deve-se ativar a balança antes de iniciar qualquer medição. Colocar no prato de pesagem uma massa de valor aproximado do alcance máximo. Este procedimento deverá ser repetido 2 a 3 vezes;
- A balança deve estar colocada no local onde se vai efetuar os ensaios de calibração, numa bancada anti vibratória;
- Para uma calibração pelo método gravimétrico, têm de se realizar duas pesagens, uma associada ao recipiente cheio e a outra é associada ao recipiente vazio. Deste modo, as duas pesagens devem ser efetuadas em circunstâncias idênticas, de forma cautelosa e

num curto espaço de tempo, de forma a não introduzir erros na obtenção do resultado das calibrações.

#### 4.2.4. Procedimento Experimental da Calibração de Instrumentos Volumétricos

##### 4.2.4.1. Instrumentos Volumétricos (Material “Ex”)

###### ➤ Micropipeta 1 mL [29]

Na Figura 4.3 está representado um modelo das micropipetas calibradas, e em baixo enumerado todo o seu procedimento:



**Figura 4.3 – Micropipeta – 1 mL**

1. Pesar o recipiente de pesagem, completamente limpo, seco e vazio;
2. Colocar a ponta da micropipeta. Encher a micropipeta 5 vezes de maneira a que se atinja um equilíbrio de humidade dentro da mesma e que o ar seja expelido completamente;
3. Introduzir no recipiente de pesagem um filme de água e verificar qual o seu peso ( $m_0$ );
4. Mudar de ponta e encher a micropipeta com o líquido de calibração, mergulhando-a na água de maneira a não aspirar bolhas de ar. O pistão da micropipeta deve ser libertado, até enchimento completo. A micropipeta deve ser retirada verticalmente tocando na superfície do recipiente para libertar as possíveis gotas de água na ponta;
5. O líquido da micropipeta deve ser escoado, desprezando-o, encher a micropipeta novamente com a mesma ponta e da forma descrita anteriormente;
6. Escoar a água contida na micropipeta para o recipiente de pesagem de maneira a que a sua ponta toque no recipiente num ângulo entre  $30^\circ$  a  $60^\circ$ , e acrescentando a gota retida na extremidade da ponta da micropipeta;
7. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor da massa  $m_1$ ;
8. Este procedimento deve ser repetido 10 vezes, mudando sempre de ponta, sem despejar o recipiente de pesagem e contabilizar sempre a tara antes de um novo ensaio.

➤ **Bureta digital com êmbolo manual 50 mL [30]**

Na Figura 4.4 está representado um modelo de bureta digital com êmbolo manual, e em baixo enumerado todo o seu procedimento de calibração:

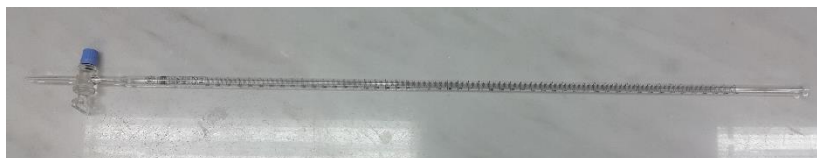


**Figura 4.4 – Bureta digital com êmbolo manual – 50 mL**

1. Pesar o recipiente de pesagem, completamente limpo, seco e vazio;
2. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório para assim se adquirir a densidade do ar;
3. Colocar a água com que se vai proceder à calibração num recipiente apropriado e mediante o termómetro, ler a sua temperatura e registá-la;
4. Colocar a bureta na posição vertical acima do recipiente de maneira a que o tubo de enchimento externo fique imerso pelo menos  $\frac{2}{3}$  na água;
5. Ligar a bureta, colocá-la na posição de enchimento e enchê-la com água utilizando as rodas laterais, que fazem o pistão funcionar;
6. Colocar todo o sistema cheio de água de forma a evitar a formação de bolhas;
7. Quando a bureta atingir o seu máximo, colocá-la na posição de titulação. Primeiramente de se iniciar o débito deve-se desprezar o número de gotas indicadas no manual do instrumento, de outro modo se nada for referido, deve-se desprezar as primeiras 5 gotas;
8. Iniciar o débito e vaziar a água para o recipiente de pesagem, utilizando as mesmas rodas laterais até ao volume de calibração desejado, que é indicado no visor digital (deve ser utilizada a velocidade de débito indicada no manual do instrumento, se não existir essa informação deve-se dosear o volume de teste em 30 s);
9. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor da massa final.

➤ **Bureta de vidro 25 mL [31]**

Na Figura 4.5 está representado um modelo de bureta de vidro, e em baixo enumerado todo o seu procedimento de calibração:



**Figura 4.5 – Bureta de vidro – 25 mL**

1. Pesar o recipiente de pesagem, completamente limpo, seco e vazio;
2. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório para assim se adquirir a densidade do ar;
3. Colocar a água com que se vai proceder à calibração num recipiente apropriado e mediante o termómetro, ler a sua temperatura e registá-la;
4. Colocar e segurar a bureta na posição vertical, e enchê-la com água, até ligeiramente acima do traço mais elevado (ou do traço correspondente ao volume que se queira calibrar);
5. Eliminar quaisquer gotas coladas ao exterior da bureta, limpando-a num movimento descendente com papel absorvente;
6. Abrir a torneira e deixar escorrer a água lentamente para ajustar convenientemente o menisco. Eliminar qualquer gota em excesso que se encontre na extremidade da bureta, encostando-a à parede molhada dum recipiente;
7. Assegurar-se que não existem gotas de água aderentes ao exterior da bureta ou às paredes internas acima do menisco e que não há bolhas ou espuma na água. Assegurar-se também que não há fuga pela torneira ou pela extremidade inferior da bureta;
8. Abrir a torneira e deixar escoar livremente a água contida na bureta para o recipiente de pesagem, mantendo a bureta na vertical, de modo que a extremidade não esteja em contacto com a parede interna do recipiente;
9. Na parte final, o escoamento livre tem de ser restringido de forma a conseguir ajustar o menisco ao traço inferior e sem que haja posterior reajustamento desse menisco. (Se a bureta tiver tempo de espera, deve interromper-se o escoamento um pouco antes de o menisco atingir o traço inferior, esperar o tempo indicado – 30 s, e só depois proceder ao ajuste final do menisco);
10. Após o ajuste do menisco, juntar a gota retida na extremidade da bureta ao volume anteriormente escoado, colocando a parede interna do recipiente de pesagem, em contacto

com essa extremidade. Em seguida, deslocar o recipiente de pesagem horizontalmente, quebrando o contacto. Tapar o recipiente;

11. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor da massa.

➤ **Pipeta graduada de escoamento total 5 mL [8]**

Na Figura 4.6 está representado um modelo de pipeta graduada de escoamento total, e em baixo enumerado todo o seu procedimento de calibração:



**Figura 4.6 – Pipeta graduada de escoamento total – 5 mL**

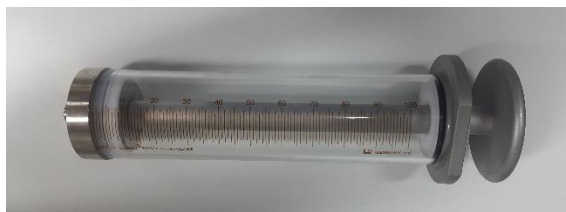
1. Pesar o recipiente de pesagem, completamente limpo, seco e vazio;
2. Registar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório para assim se adquirir a densidade do ar;
3. Colocar a água com que se vai proceder à calibração num recipiente apropriado e mediante o termómetro, ler a sua temperatura e registá-la;
4. Mantendo a pipeta numa posição vertical, mergulhá-la na água e enchê-la por aspiração (usando uma *pompette*), até ligeiramente acima do traço de referência (ou do traço correspondente ao volume que se deseja calibrar);
5. Eliminar quaisquer gotas coladas ao exterior da pipeta, limpando-a num movimento descendente com papel absorvente e ajustar o menisco;
6. Remover qualquer gota em excesso da extremidade da pipeta, encostando-a à parede de um recipiente;
7. Conferir que não existem gotas de água coladas ao exterior da pipeta ou às paredes internas acima do menisco e que não existem bolhas ou espuma na água;
8. Permitir que a água escorra livremente para o recipiente de pesagem, mantendo a pipeta na vertical, com a extremidade encostada à parede interna do recipiente num ângulo de 30°, evitando que escorra;



9. Após terminar o escoamento visível, o menisco deve manter-se imóvel ligeiramente acima da extremidade. Sustentar a pipeta na mesma posição durante 3 segundos ou o tempo de espera indicado na própria;
10. Finalizando o escoamento, mover a pipeta na horizontal, separando o contacto com o recipiente;
11. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor da massa;
12. Efetuar todos os passos anteriores nos 9 ensaios seguintes.

➤ **Seringa de vidro de 100 mL [32]**

Na Figura 4.7 está representado um modelo da seringa, e em baixo enumerado todo o seu procedimento de calibração:



**Figura 4.7 – Seringa de vidro – 100 mL**

1. Verificar que a seringa está em perfeitas condições, limpa, em boas condições e mobilidade de êmbolo normal;
2. Colocar uma pequena quantidade de água (correspondente a aproximadamente 3 amostras) no recipiente de pesagem;
3. Tarar o recipiente de pesagem;
4. Colocar a água com que se vai proceder à calibração num recipiente apropriado e mediante o termómetro, ler a sua temperatura e registá-la;
5. Mantendo a seringa numa posição vertical, submergir na água e enchê-la por aspiração de forma a molhar a seringa até ao seu traço de referência;
6. Escoar a água toda contida na seringa, submergirá-a novamente na água e enchê-la, por aspiração até ligeiramente acima do traço superior (ou do traço correspondente ao volume que se deseja calibrar);
7. Retirar eventuais bolhas de ar;
8. Acertar a ponta do êmbolo com a marca do volume a calibrar e colocar no recipiente de pesagem toda a água contida na seringa;

9. Caso a seringa seja diferencial o escoamento deverá parar no traço de referência final;
10. Pesar o recipiente de pesagem e registrar o valor da massa final.

#### **4.2.4.2. Instrumentos Volumétricos (Material “In”)**

##### **➤ Picnómetro de Alumínio – 100 mL [33]**

Na Figura 4.8 está representado um modelo de picnómetro, e em baixo enumerado todo o seu procedimento de calibração:



**Figura 4.8 – Picnómetro de alumínio - 100mL**

1. Colocar a água com que se vai proceder à calibração num recipiente apropriado e mediante o termómetro, ler a sua temperatura e registá-la;
2. Tarar o picnómetro (contendo a tampa, rolha ou cabeça), completamente limpo, seco e vazio;
3. Registrar a humidade relativa, pressão e temperatura do ar do laboratório para se adquirir a densidade do ar;
4. Colocar o picnómetro numa superfície plana e horizontal e enchê-lo até ao topo;
5. Colocar corretamente a tampa, não utilizando movimentos de rotação ou pressão elevada e verificar que não ficam aprisionadas quaisquer bolhas de ar;
6. A tampa deve encaixar devido ao próprio peso, conduzindo a que o excesso de água transborde através do orifício;
7. Mergulhar cuidadosamente o picnómetro se necessário, até ao colo num banho de água termostaticado, à temperatura exigida para a calibração, e esperar que essa temperatura seja atingida e estabilize;
8. Manusear o picnómetro o mínimo de tempo possível para evitar qualquer sobreaquecimento que aumente a quantidade de líquido que transborda através do orifício;
9. Eliminar o excesso de água que transborde através do orifício da tampa, limpando-a com papel absorvente, com precaução devido a evitar que a água suba por capilaridade do interior

do picnómetro e seja absorvida pelo papel, deixando o picnómetro cheio exatamente até ao topo do orifício;

10. Pesar o picnómetro com a água e registar o valor da massa, o picnómetro deve ser pesado de maneira rápida e imediata, evitando assim perdas por evaporação;
11. Retirar uma quantidade pequena de água;
12. Medir a temperatura da água dentro do picnómetro;
13. Repetir mais 9 vezes os procedimentos 3 a 10.

#### ➤ **Balão Volumétrico 250 mL [8]**

Na Figura 4.9 está representado um modelo de balão volumétrico, e em baixo enumerado todo o seu procedimento de calibração:



**Figura 4.9 – Balão volumétrico – 250 mL**

1. Tarar o balão contendo a tampa, completamente limpo, seco e vazio;
2. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório para se determinar a densidade do ar;
3. Colocar o balão numa superfície plana e horizontal e enchê-lo com água até ligeiramente abaixo do seu traço de referência;
4. Medir a temperatura da água, registá-la e ajustar convenientemente o menisco;
5. Verificar que não existem gotas de água coladas ao exterior do balão ou às paredes internas acima do traço de referência e que não existem bolhas ou espuma na água;
6. Pesar o balão cheio e registar o valor da massa;

7. Retirar a quantidade suficiente de água para que o menisco fique ligeiramente abaixo do traço de referência;
8. Medir a temperatura da água dentro do balão;
9. Repetir mais 9 vezes os procedimentos 3 a 7.

### **4.3. Calibração de Instrumentos Doseadores de Líquidos**

Neste subcapítulo são mencionados os equipamentos, condições de referência, modo operatório e procedimento de calibração de instrumentos doseadores de líquidos. Para a realização da calibração destes instrumentos doseadores de líquidos é considerado o método dinâmico, (descrito na seção 2.6.2).

#### **4.3.1. Equipamentos [7]**

##### **➤ Balança**

A escolha da balança vai depender do alcance, incerteza e da resolução adequada ao intervalo de medição pretendido, as balanças utilizadas neste caso foram a balança *Mettler Toledo AX26 Comparator* e a balança *Mettler Toledo XP205*. Devem estar calibradas como está descrito no subcapítulo 4.1 – Calibração de Balanças.

##### **➤ Termómetro**

O termómetro utilizado para medição da temperatura do líquido, deve ter o alcance adequado ao intervalo de medição. Apresentado uma resolução igual ou inferior 0,1 °C, uma incerteza igual ou inferior a 0,1 °C e estar corretamente calibrado.

##### **➤ Termohigrómetro**

O termohigrómetro é o equipamento utilizado para medir a humidade relativa e temperatura do ar, deve estar devidamente calibrado, para a humidade deve possuir uma resolução igual ou inferior a 1 % e incerteza igual ou inferior 5 %. Para a temperatura, deve ter o alcance adequado ao intervalo de medição, apresentado uma resolução igual ou inferior 0,1 °C, uma incerteza igual ou inferior a 0,1 °C.

##### **➤ Barómetro**

O barómetro é utilizado para medição da pressão atmosférica, deve estar devidamente calibrado, ter uma resolução inferior ou igual a 1 hPa e uma incerteza inferior ou igual a 2 hPa.

##### **➤ Líquido de calibração**

O líquido de calibração que é utilizado para efetuar calibrações no LVC é água ultra-pura, o líquido deve estar à temperatura ambiente e ter uma pureza adequada, devendo ser destilada. A sua condutividade elétrica deve ser inferior a 5,0 µS/cm.

#### ➤ **Recipiente de pesagem**

O recipiente de pesagem deve conter uma capacidade adequada à quantidade de água a pesar. Deve possuir ainda uma quantidade de água suficiente para que o conjunto cateter/tubagem/agulha esteja mergulhado no líquido.

#### ➤ **Sensor de Pressão**

O sensor de pressão *Unik 5000* da GE, detém de uma resolução de 0,001 bar e tem como objetivo, medir a pressão interna da tubagem, permitindo identificar fugas no sistema.

#### ➤ **Válvula Automática**

A válvula automática utilizada é de 5 vias da marca *Kloehn* e tem como função, através do *software Kloehn control 1.04* direcionar o caudal.

#### ➤ **Desgaseificador em linha**

O desgaseificador em linha da *Systec* tem como fim, realizar a remoção do ar dissolvido na água utilizada na calibração.

### **4.3.2. Condições de Referência**

As condições de referência são semelhantes às impostas na calibração de instrumentos volumétricos (ver secção 4.2.2).

### **4.3.3. Modo Operatório [7]**

#### **4.3.3.1. Limpeza**

O recipiente de pesagem deverá encontrar-se limpo para obtenção de resultados exatos, caso contrário, deve-se proceder à limpeza do mesmo. A limpeza deve ser realizada utilizando primeiramente um agente de limpeza (detergente desengordurante). Posteriormente o recipiente de pesagem deve ser enxaguado abundantemente com água destilada.

Por fim, depois de enxaguado, o recipiente deve ser devidamente seco ao ar livre e caso seja preciso imediatamente após a limpeza, o recipiente deve ser adequadamente seco com auxílio do ar comprimido.

#### **4.3.3.2. Sistema em Carga**

Antes da realização de um ensaio experimental é essencial retirar todo o ar nas tubagens e seringas, para tal deve-se colocar o sistema em carga, ou seja, toda a tubagem e seringas devem estar cheios de água, antes do início do ensaio.

#### **4.3.3.3. Medição de Temperatura**

A medição da temperatura da água é efetuada antes da realização do ensaio experimental e após o mesmo. Para os cálculos o valor utilizado é o valor médio das duas medições.

#### 4.3.3.4. Sistema de Aquisição e Tratamento de Dados

A aquisição de dados é feita através de uma aplicação em *LabVIEW*, que faz a recolha automática, o tratamento estatístico de dados e respetivo cálculo de incertezas. A aplicação em *LabVIEW*, recolhe os dados diretamente da balança em massa com um intervalo entre medições de 250 ms e um intervalo de patamar de 30 s e no final converte para caudal.

O tratamento de dados é realizado numa folha Excel e consiste no cálculo do caudal pela Equação 2.1 e das incertezas combinada e expandida, respetivamente pelas Equações 5.51 e 5.52.

#### 4.3.4. Procedimento Experimental de Calibração de Instrumentos Doseadores de Líquidos

##### 4.3.4.1. Seringa *Nexus* [7]

A escolha da seringa depende do caudal a calibrar, como ilustra a tabela 4.1. A seringa pode ser de vidro ou de aço inox.

Tabela 4.1 – Seringas de vidro utilizadas na seringa *Nexus* [7]

Capacidade da seringa (mL)	Diâmetro da seringa (mm)	Intervalo de medição de caudal (mL/h)
0,1	1,45	<0,1
0,5	3,26	]0,1; 0,5]
1	4,6	]0,5; 1]
5	10,3	]1; 6]
10	14,56	]6; 20]
25	23,03	]20; 60]
100	32,57	]60; 600]

Em baixo está descrito o procedimento para a realização da calibração da seringa *Nexus* 3000:

1. Escolher a balança a utilizar e iniciar a aplicação em *LabVIEW*;
2. Selecionar a pasta onde vão ser gravados os dados dos ensaios em ficheiro TXT;
3. Ligar o sensor de pressão 1 hora antes do início do ensaio;
4. Ligar o desgaseificador em linha;
5. Verificar as condições ambientais (pressão, temperatura e humidade relativa) e registar nos respetivos campos da folha Excel “Medição de micro caudal”;
6. Escolher a seringa a utilizar de acordo com o caudal a calibrar sendo que preferencialmente deveram ser utilizadas seringas de vidro;

7. Medir a temperatura do líquido de calibração e registá-la na folha Excel “Medição de micro caudal”;
8. Encher a seringa manualmente a cerca de 10 % do seu volume;
9. Colocar a seringa na *Nexus 3000*, e na mesma introduzir o diâmetro da seringa, valor esse através da tabela 4.1;
10. Colocar a válvula na posição de Purga;
11. Selecionar o modo “*infusion*” e fazer a purga, para retirar o ar contido no interior da tubagem e seringa. A purga deve ser realizada com um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (em caso de caudais inferiores 10 mL/h a purga pode ser executada com um caudal um pouco maior, para reduzir no tempo de preparação do ensaio) e decorrer até que não exista bolhas de ar no sistema;
12. Colocar a válvula na posição de alimentação e a seringa *Nexus 3000* no modo “*withdraw*” de modo a proceder ao enchimento total da seringa;
13. Carregar no botão “*START*” da seringa *Nexus 3000*, “*STOP*” quando a seringa estiver cheia. O enchimento deve ser efetuado com um caudal que reduza a entrada de ar na seringa;
14. Colocar a válvula na posição de purga, pressionar a tecla F3 (para ser mais rápido o processo de purga) da *Nexus 3000* até sair líquido no recipiente de purga;
15. Colocar a válvula na posição balança;
16. Selecionar o caudal/volume a debitar/duração do ensaio e escolher o modo “*infusion*”;
17. Depois de inspecionar o sistema todo e verificar que não existem fugas nem bolhas de ar e que a ponta do tubo, localizada dentro do recipiente de pesagem, se encontra imersa, pode-se dar início ao processo de medição, pressionando o botão “*MEDIR*” da aplicação *LabVIEW* e simultaneamente o botão “*START*” da *Nexus 3000* já devidamente programada para o ensaio;
18. Quando terminar o processo de infusão, deve-se premir em simultâneo o botão “*STOP*” do equipamento e “*MEDIR*” na aplicação *LabVIEW*;
19. Medir a temperatura do líquido de calibração no final do ensaio e registá-la na folha Excel “Medição de micro caudal”;
20. Gravar os dados na pasta selecionada no ponto 2, premindo no botão “*GUARDAR*”;
21. Com os dados preencher a folha de cálculo “Medição de micro caudal”.

#### 4.3.4.2. Bomba Peristáltica

Na Figura 4.10 é ilustrado a bomba peristáltica utilizada nos ensaios.



**Figura 4.10 – Infusomat®Space da B.Braun**

Em baixo está descrito o procedimento para a realização da bomba peristáltica:

1. Escolher a balança a utilizar e iniciar a aplicação em *LabVIEW*;
2. Selecionar a pasta onde vão ser gravados os dados dos ensaios em ficheiro TXT;
3. Verificar as condições ambientais (pressão, temperatura e humidade relativa) e registar nos respetivos campos da folha Excel “Medição de micro caudal”;
4. Encher o saco de soro com o líquido de calibração;
5. Medir a temperatura do líquido de calibração e registá-la na folha Excel “Medição de micro caudal”;
6. Encher o cilindro da linha de perfusão em dois terços da sua capacidade e de seguida proceder ao enchimento total da linha;
7. Realizar a purga, carregando no “START/STOP” ou no botão “BOLUS” para retirar o ar contido no interior da tubagem. A purga deve ser realizada com um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (em caso de caudais inferiores 10 mL/h a purga pode ser executada com um caudal um pouco maior, para reduzir o tempo de preparação do ensaio) e decorrer até que não exista bolhas de ar no sistema;
8. Selecionar o caudal/volume a debitar/duração do ensaio;
9. Inserir cateter/agulha dentro do recipiente de pesagem, de forma a ficar mergulhado;



10. Iniciar o processo de medição, carregando no botão “MEDIR” da aplicação em *LabVIEW* e ao mesmo tempo no botão “*START/STOP*” da bomba peristáltica já devidamente programada para o ensaio;
11. Quando terminar o processo de infusão, deve-se premir em simultâneo o botão “*START/STOP*” do equipamento e “MEDIR” na aplicação *LabVIEW*;
12. Medir a temperatura do líquido de calibração no final do ensaio e registá-la na folha Excel “Medição de micro caudal”;
13. Gravar os dados na pasta selecionada no ponto 2, premindo no botão “GUARDAR”;
14. Com os dados preencher a folha de cálculo “Medição de micro caudal”.

#### 4.3.4.3. Seringa Perfusora

Na Figura 4.11 é ilustrado a seringa perfusora utilizada nos ensaios.



**Figura 4.11 – Perfusor®Space da B-Braun**

Em baixo está descrito o procedimento para a realização da bomba peristáltica:

1. Escolher a balança a utilizar e iniciar a aplicação em *LabVIEW*;
2. Selecionar a pasta onde vão ser gravados os dados dos ensaios em ficheiro TXT;
3. Verificar as condições ambientais (pressão, temperatura e humidade relativa) e registar nos respetivos campos da folha Excel “Medição de micro caudal”;
4. Medir a temperatura do líquido de calibração e registá-la na folha Excel “Medição de micro caudal”;
5. Encher completamente a seringa, em caso de bolhas, esvaziar e encher de novo;
6. Instalar a seringa no equipamento segundo instruções do fabricante;
7. Realizar a purga, carregando no “*START/STOP*” ou no botão “*BOLUS*” para retirar o ar contido no interior da tubagem. A purga deve ser realizada com um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (em caso de caudais inferiores 10 mL/h a purga pode ser executada com um caudal um pouco maior, para reduzir o tempo de preparação do ensaio) e decorrer até que não exista bolhas de ar no sistema;

8. Selecionar o caudal/volume a debitar/duração do ensaio;
9. Inserir cateter/agulha dentro do recipiente de pesagem, de forma a ficar mergulhado;
10. O cateter/agulha deve ficar à mesma altura da seringa;
11. Iniciar o processo de medição, carregando no botão “MEDIR” da aplicação em *LabVIEW* e ao mesmo tempo no botão “*START/STOP*” da seringa já devidamente programada para o ensaio;
12. Quando terminar o processo de infusão, deve-se premir em simultâneo o botão “*START/STOP*” do equipamento e “MEDIR” na aplicação *LabVIEW*;
13. Medir a temperatura do líquido de calibração no final do ensaio e registá-la na folha Excel “Medição de micro caudal”;
14. Gravar os dados na pasta selecionada no ponto 2, premindo no botão “GUARDAR”;
15. Com os dados preencher a folha de cálculo “Medição de micro caudal”.

#### **4.4. Calibração de Caudalímetros de Líquidos e Analisadores de Sistemas Perfusores**

Neste subcapítulo são mencionados os equipamentos, condições de referência, modo operativo e procedimento de calibração de caudalímetros de líquidos e analisadores de sistemas perfusores. Para a realização da calibração destes instrumentos é considerado o método dinâmico, (descrito na secção 2.6.2).

##### **4.4.1. Equipamentos**

Os equipamentos são os mesmos que os utilizados na calibração de instrumentos doseadores de líquidos (ver secção 4.3.1).

- **Balança**
- **Termómetro**
- **Termohigrómetro**
- **Barómetro**
- **Líquido de calibração**
- **Recipiente de pesagem**
- **Sensor de Pressão**
- **Válvula Automática**
- **Desgaseificador em linha**

#### 4.4.2. Condições de Referência

As condições de referência são semelhantes às impostas na calibração de instrumentos volumétricos (ver secção 4.2.2).

#### 4.4.3. Modo Operatório

No modo operatório, a limpeza, o sistema em carga e a medição de temperatura são idênticos à calibração de instrumentos doseadores de líquidos (ver secção 4.3.3).

##### 4.4.3.1. Sistema de Aquisição e Tratamento de Dados

A aquisição de dados do sistema padrão é feita através da conexão da balança a um computador, com recurso a um *software* elaborado em ambiente informático *LabVIEW*. Através desta, faz-se a recolha automática, o tratamento estatístico de dados e respetivo cálculo de incertezas. A aplicação em *LabVIEW*, recolhe os dados diretamente da balança em massa com um intervalo entre medições de 250 ms e um intervalo de patamar de 30 s e no final converte para volume. No caso do caudalímetro, a aquisição de dados é feita através da conexão do caudalímetro a um computador, com recurso ao *software FlowPlot*.

O tratamento de dados é realizado numa folha de Excel e consiste no cálculo do caudal pela Equação 2.1 e das incertezas combinada e expandida, respetivamente pelas Equações 5.51 e 5.52.

#### 4.4.4. Procedimento Experimental de Calibração de Caudalímetros de Líquidos e Analisadores de Sistemas Perfusores

##### 4.4.4.1. Seringa Nexus 3000 e o Caudalímetro

Na Figura 3.12 e 3.13 é ilustrado a seringa *Nexus 3000* e o caudalímetro utilizados nos ensaios.

1. Escolher a balança a utilizar e Iniciar o *software* “*Metrologia  $\mu$  Caudal.vi*”;
2. Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiro TXT (parâmetros, ficheiro de dados);
3. Ligar o caudalímetro ao computador através da porta RS232;
4. Instalar o caudalímetro na tubagem após o sensor de pressão e ligar à corrente, iniciar o *software* “*FlowDDE*”, para conectar o computador ao caudalímetro;
5. Ligar o sensor de pressão 1 horas antes do início do ensaio;
6. Ligar o desgaseificador em linha;
7. Verificar as condições ambientais (temperatura, humidade relativa e pressão) e registar nos respetivos campos da folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
8. Escolher a seringa a utilizar de acordo com o caudal a ensaiar sendo que preferencialmente deveram ser utilizadas seringas de vidro;

9. Medir a temperatura do líquido de alimentação da seringa e registá-la na folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
10. Encher as seringas manualmente a cerca de 10 % do seu volume;
11. Colocar a seringa na *Nexus 3000*, e na mesma introduzir o diâmetro da seringa, valor esse através da tabela 4.1;
12. Colocar a válvula na posição de Purga;
13. Selecionar o modo “*infusion*” e fazer a purga, para retirar o ar contido no interior da tubagem e seringa. A purga deve ser realizada com um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (em caso de caudais inferiores 10 mL/h a purga pode ser executada com um caudal um pouco maior, para reduzir no tempo de preparação do ensaio) e decorrer até que não exista bolhas de ar no sistema;
14. Colocar a válvula na posição de alimentação e a seringa *Nexus 3000* no modo “*withdraw*” de modo a proceder ao enchimento total da seringa;
15. Clicar no botão “*START*” da seringa *Nexus 3000*, e “*STOP*” quando a seringa estiver cheia. O enchimento deve ser feito a um caudal que minimize a entrada de ar na seringa;
16. Colocar a válvula na posição de purga, pressionar a tecla F3 (para ser mais rápido o processo de purga) da *Nexus 3000* até sair líquido no recipiente de purga;
17. Colocar a válvula na posição balança;
18. Iniciar o *software* “*FlowPlot*” do caudalímetro;
19. Escolher o caudal/volume a debitar/duração do ensaio e seleccionar o modo infusão “*infusion*”;
20. Depois de se garantir que toda a tubagem está em carga, incluindo o caudalímetro e que a ponta do tubo, dentro do recipiente de pesagem, se encontra imersa, pode ser iniciado o processo de medição, clicando no botão “*MEDIR*” da aplicação *LabVIEW*, no botão “*START*” do *software* do caudalímetro e, simultaneamente, no botão “*START*” da seringa *Nexus 3000* já devidamente programada para o ensaio;
21. Quando terminar o processo de infusão a medição deve ser terminada simultaneamente, Premir o botão “*STOP*” no equipamento, o botão “*MEDIR*” e “*STOP*” no *software* do sistema e do caudalímetro, respetivamente;
22. Registrar a temperatura do líquido no final de ensaio e registá-la na folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
23. Gravar os dados recolhidos, clicando no botão “*GUARDAR*”;

24. Preencher a folha de cálculo “Medição de micro caudal” utilizando os dados recolhidos na aplicação *LabVIEW*.

#### 4.4.4.2. Seringa Perfusora e o IDA 4 Plus

Na Figura 4.12 é ilustrado a seringa perfusora e o IDA 4 PLUS utilizada nos ensaios.

1. Escolher a balança a utilizar e iniciar o *software Metrologia  $\mu$  Caudal*;
2. Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiro TXT (parâmetros, ficheiro de dados);
3. Verificar as condições ambientais (temperatura, humidade relativa e pressão) e registar nos respetivos campos da folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
4. Medir a temperatura do líquido de alimentação da seringa e registá-la na folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
5. Encher a seringa manualmente na sua totalidade;
6. Instalar a seringa no equipamento segundo instruções do fabricante;
7. Ligar com um tubo teflon da seringa à entrada *channel 1* do IDA 4 Plus, da saída e ligar um tubo até a válvula manual;
8. Colocar a válvula na posição balança, ligar o IDA 4 PLUS, carregar “ENTER” no Setup da entrada escolhida, neste caso *channel 1*, carregar novamente “ENTER” na opção *FLOW*;
9. Realizar a purga, carregando no “START/STOP” ou no botão “BOLUS” para retirar o ar contido no interior da tubagem. A purga deve ser realizada com um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (em caso de caudais inferiores 10 mL/h a purga pode ser executada com um caudal um pouco maior, para reduzir no tempo de preparação do ensaio) e decorrer até que não exista bolhas de ar no sistema;
10. Escolher o caudal/volume a debitar/duração do ensaio;
11. Inserir cateter/agulha/tubagem, dentro do recipiente de pesagem na balança, de forma a ficar imerso;
12. Iniciar o processo de medição, clicando no botão “MEDIR” do *software* de aquisição de dados e, simultaneamente, no botão “START/STOP” da seringa e carregar “ENTER” quando aparecer no IDA 4 Plus “AutoStart”;
13. Registar os valores indicados no IDA 4 Plus;
14. Quando terminar o processo de doseamento, premir o botão “START/STOP” na seringa, o botão “MEDIR” no *software* e carregar no “ENTER” em “END” no IDA 4 Plus;

15. Registrar a temperatura do líquido no final do ensaio e registá-la na folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
16. Gravar os dados recolhidos, clicando no botão “ GUARDAR”;
17. Preencher a folha de cálculo “Medição de micro caudal” utilizando os dados recolhidos na aplicação ”LabVIEW”.



**Figura 4.12 – Montagem seringa perfusora e o IDA 4 Plus**

#### **4.4.4.3. Seringa Nexus 3000 e o IDA-2 Plus**

Na Figura 4.13 é ilustrado a *Nexus 3000* e o IDA-2 Plus utilizada nos ensaios.

1. Escolher a balança a utilizar e Iniciar o *software “Metrologia  $\mu$  Caudal.vi”*;
2. Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiro TXT (parâmetros, ficheiro de dados);
3. Verificar as condições ambientais (temperatura, humidade relativa e pressão) e registar nos respetivos campos da folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
4. Escolher a seringa a utilizar de acordo com o caudal a calibrar sendo que preferencialmente deveram ser utilizadas seringas de vidro;
5. Medir a temperatura do líquido de alimentação da seringa e registá-la na folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
6. Encher as seringas manualmente a cerca de 10 % do seu volume;
7. Colocar a seringa na *Nexus 3000*, e na mesma introduzir o diâmetro da seringa, valor esse através da tabela 4.1;
8. Ligar com um tubo teflon da seringa à entrada “*Fluid In*” do IDA-2 Plus, da saída “*Fluid Out*” ligar um tubo até a válvula manual que a seguir ligará à balança;
9. Colocar a válvula na posição balança, ligar IDA-2 Plus;
10. A purga deve ser executada com um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (no caso de ensaios com caudais inferiores a 10 mL/h a purga pode ser efetuada com um caudal um pouco

superior, de forma a reduzir os tempos de preparação do ensaio) e decorrer até que deixem de ser visíveis bolhas de ar à saída da tubagem;

11. Escolher o caudal/volume a debitar/duração do ensaio e seleccionar o modo infusão “*infusion*”;
12. Depois de se garantir que toda a tubagem está em carga e que a ponta do tubo, dentro do recipiente de pesagem, se encontra imersa, pode ser iniciado o processo de medição, clicando no botão “MEDIR” do *software* de aquisição de dados e, simultaneamente, no botão “*START*” da seringa *Nexus 3000* já devidamente programada para o ensaio, no caso do IDA-2 Plus vai aparecer no ecrã “*SEL-*“, carregar 2x vezes na tecla F “*INST/AVG FLOW*”;
13. Registar os valores indicados no IDA-2 Plus;
14. Quando terminar o processo de infusão a medição deve ser terminada simultaneamente, Premir o botão “*STOP*” no equipamento, o botão “MEDIR” no *software*;
15. Registar a temperatura do líquido no final de ensaio;
16. Gravar os dados recolhidos, clicando no botão “GUARDAR”;
17. Preencher a folha de cálculo “Medição de caudal” utilizando os dados recolhidos na aplicação “LabVIEW”.



Figura 4.13 – Montagem seringa *Nexus 3000* e o IDA-2 Plus

## 4.5. Estudo da Evaporação

No que diz respeito a este tema, foram elaborados vários ensaios no decorrer do estágio, principalmente na calibração de instrumentos volumétricos, calibração de instrumentos doseadores de líquidos e calibração de caudalímetros. Em todos estes casos ocorre o processo de evaporação.

O processo de evaporação é conhecido como sendo o fenómeno que ocorre lentamente e que abrange a passagem de material do estado líquido para o estado gasoso.

O estudo da evaporação tem como finalidade fazer as correções finais aos dados obtidos. Este estudo foi realizado para as duas balanças, que possuem recipientes de pesagem diferentes. A balança

*Mettler Toledo* AX26 tem um sistema de controlo de evaporação “*evaporation trap*” (Figura 3.9) que diminui o fenómeno de evaporação. Contrariamente, a balança *Mettler Toledo* XP205 não possui o sistema de controlo de evaporação, devido ao fato de não ser possível a instalação na mesma. Para tal, para diminuir a área exposta ao ar, é utilizado no recipiente de pesagem uma tampa de plástico e é colocada uma folha de alumínio para cobrir, existindo apenas um furo no centro para possibilitar a entrada do tubo.

#### **4.5.1. Equipamentos**

- Balança;
- Termómetro;
- Termohigrómetro;
- Barómetro;
- Cronómetro;
- Líquido de calibração;
- Recipiente de pesagem.

#### **4.5.2. Procedimento Experimental para os Ensaios de Evaporação**

1. Verificar as condições ambientais (temperatura, humidade relativa e pressão) e registar;
2. Encher o recipiente de pesagem com o volume de água que se deseja ensaiar;
3. Medir a temperatura do líquido de calibração e registar;
4. Colocar o recipiente de pesagem na balança;
5. Instalar a “*evaporation trap*”, se aplicável;
6. Registar a massa inicial e iniciar o cronómetro;
7. Terminando o ensaio, registar a temperatura do líquido de calibração, registar a massa final.

Para se obter o volume evaporado durante o ensaio, utiliza-se primeiramente a Equação 2.1 para converter a massa em volume. De seguida faz-se a diferença do volume.

Concluimos que na balança *Mettler Toledo* AX26 *Comparator* a taxa de evaporação é bastante menor (~40x), em comparação com a *Mettler toledo* XP205. No subcapítulo 6.2 está mais pormenorizado como foi efetuado o estudo e valores do mesmo.



## 5. Incertezas de Medição

Uma medição independentemente de qual seja o seu nível de rigor com que é realizada, deve conduzir a um valor e a uma medida do rigor com que foi efetuada. Certifica-se de acordo com a terminologia internacional reconhecida Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), BIPM, ISO, entre outros, que toda a medição está relacionada a uma determinada incerteza [34].

A definição de incerteza rege-se como sendo um atributo qualificável e novo na história da medição, apesar do erro e análise dos erros tenham sido uma parte da prática da ciência de medição ou Metrologia [35].

Atualmente é confirmado que quando todos os elementos suspeitos de erro foram avaliados e as correções adequadas foram aplicadas, permanece uma incerteza sobre o quão bem o resultado de medição representa o valor da quantidade a ser medido [35].

Na realização de qualquer medição, existe um erro de medição porque na prática não se consegue ter um sistema de medição perfeito. Para o erro de medição contribui dois tipos de erros: o erro aleatório e sistemático. Os primeiros são erros relacionados à dispersão de medidas à volta do valor real e que não podem ser excluídos, uma vez que não são controláveis. Mas podem ser compensados a partir do tratamento de dados. Os erros sistemáticos afetam independentemente de quais sejam as medidas, mas sempre no mesmo sentido, seja acima ou abaixo do valor real. Como, por exemplo, a má calibração de um aparelho de medição, afeta todas as leituras efetuadas com esse aparelho [36].

O cálculo do erro referente à Equação 5.1 é a diferença entre o verdadeiro valor da grandeza ou valor de referência (VR) e o valor medido (VM).

$$\varepsilon = VM - VR$$

**Equação 5.1**

O conceito de incerteza de medição é o parâmetro não-negativo que caracteriza a dispersão dos valores da grandeza que são atribuídos à mensurada, fundamentado nas informações usadas. A incerteza é considerada como o grau de confiança associado à medição da mensurada, ou seja, o valor medido apresenta maior credibilidade científica quanto menor for o valor da incerteza [6].

Geralmente usa-se o procedimento descrito no GUM [35], para se conseguir a avaliação e estimativa da incerteza de uma medição, seguindo os seguintes passos:

- Expressar em termos matemáticos a dependência da mensurada  $Y$  em relação às grandezas de entrada  $x_i$ ;
- Listar todos os componentes de incerteza;
- Avaliar o tipo de incerteza (A ou B);

- Calcular a incerteza-padrão para cada componente da incerteza;
- Calcular os respectivos coeficientes de sensibilidade;
- Avaliar a necessidade de cálculo das covariâncias;
- Calcular o fator de expansão  $k$ ;
- Determinar a incerteza expandida.

Habitualmente na calibração lida-se com uma única mensuranda ou grandeza de saída  $Y$ , que depende de um determinado número de grandezas de entrada  $X_i$  ( $i = 1, 2, \dots, N$ ), respeitando a relação enunciada na Equação 5.2 [37]:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad \text{Equação 5.2}$$

O conjunto das grandezas de entrada  $X_i$  possuem uma incerteza associada, essas incertezas são determinadas diretamente na medição, como é o caso de avaliações de uma simples ou repetidas observações, baseada na experiência, ou podem ser determinadas de origens externas à medição, tais como as grandezas associadas aos padrões de medição [37].

## 5.1. Avaliação da Incerteza de Medição de Estimativas das Grandezas de Entrada

A incerteza de medição incorpora variadas componentes, algumas delas consideradas por uma avaliação designada de Tipo A da incerteza de medição, proveniente da distribuição estatística dos valores resultantes de séries de medições e podem ser quantificadas por desvios-padrão. Porém, as outras componentes designadas de avaliação de Tipo B da incerteza de medição, podem também ser quantificadas por desvios-padrão, considerados a partir de funções de densidade de probabilidade fundamentadas na experiência ou em outras informações [6].

### 5.1.1. Avaliação de Tipo A

Esta avaliação é caracterizada como sendo a avaliação de uma componente de incerteza de medição, por uma análise estatística dos valores medidos, adquiridos sobre condições designadas na medição [6].

Este método de avaliação pode ser utilizado quando uma determinada grandeza de  $X_i$  for repetidamente medida com um número de observações ( $n > 1$ ) independentes e sobre as mesmas condições de medição, adquirindo a estimativa da grandeza  $\bar{q}$ , pela média aritmética das observações  $q_k$  ( $k = 1, 2, \dots, n$ ), através da Equação 5.3 [35].

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad \text{Equação 5.3}$$

A raiz quadrada da variância experimental  $s^2(q)$ , é o desvio-padrão experimental  $s(q)$ , e estima a variância correspondente da distribuição de probabilidades, de acordo com a Equação 5.4, sendo  $n$  o número de observações.

$$s(q) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2} \quad \text{Equação 5.4}$$

A incerteza-padrão  $u(x_i)$  da estimativa da grandeza de entrada  $\bar{q}$ , é o desvio-padrão experimental da média, conforme a Equação 5.5.

$$u(x_i) = s(\bar{q}) \quad \text{Equação 5.5}$$

### 5.1.2. Avaliação de Tipo B

Esta avaliação é caracterizada como sendo a avaliação de uma componente da incerteza de medição por outros processos que não os da análise estatística de séries de observações usada na avaliação de Tipo A [6].

A incerteza-padrão  $u(x_i)$  é avaliada por apreciação científica baseada na informação disponível acerca da variabilidade possível de  $X_i$ . O conjunto de informações pode abranger [35]:

- Dados de medições prévias;
- Experiência de/ou conhecimento geral do comportamento e das propriedades de materiais e instrumentos pertinentes;
- Especificações de fabricantes;
- Dados fornecidos na calibração e outros certificados;
- Incertezas atribuídas a dados de referência obtidas em manuais.

Para diferentes tipos de valores aplicam-se distintas distribuições de probabilidades, tendo como exemplo: Distribuição normal, Distribuição retangular e Distribuição triangular.

### 5.1.2.1. Distribuição Normal

Quando a estimativa  $x_i$  é extraída de certificados de calibração, especificações de fabricantes ou de outras incertezas padrão, a incerteza é estimada através da divisão desse valor de incertezas pelo valor do fator de expansão,  $k$ . A incerteza-padrão é calculada pela Equação 5.6 [35]:

$$u(x_i) = \frac{\text{incerteza}}{k} \quad \text{Equação 5.6}$$

Este exemplo de distribuição é demonstrado abaixo na Figura 5.1

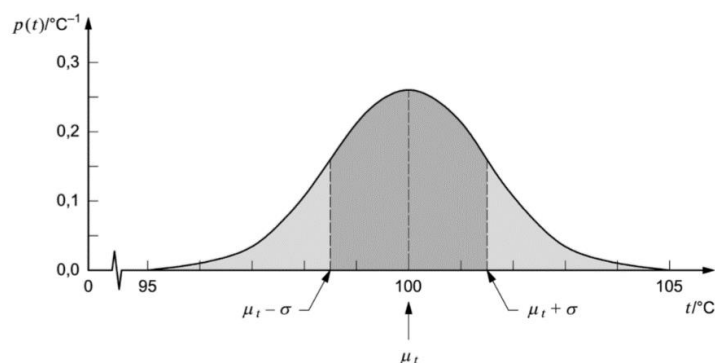


Figura 5.1 – Distribuição normal [35]

### 5.1.2.2. Distribuição Retangular

Este exemplo de distribuição aplica-se quando há conhecimento insuficiente dos valores de  $X_i$ , e só será possível estimar os valores dos limites superior e inferior,  $a_+$  e  $a_-$ , por esta ordem A incerteza-padrão é conseguida pela Equação 5.7. Esta distribuição está ilustrada na Figura 5.2 [35].

$$u(x_i) = \frac{(a_+ - a_-)}{\sqrt{12}} \quad \text{Equação 5.7}$$

Caso a diferença entre os limites for igual a 2, a Equação 5.7 altera-se para a Equação 5.8.

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad \text{Equação 5.8}$$

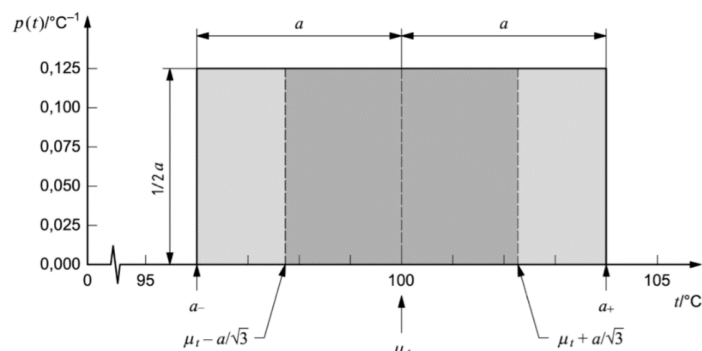


Figura 5.2 – Distribuição retangular [35]

### 5.1.2.3. Distribuição Triangular

Quando previsto que os valores da grandeza são mais prováveis no centro do que os valores no limite, do intervalo deve ser aplicada esta distribuição como representada na Figura 5.3 [35].

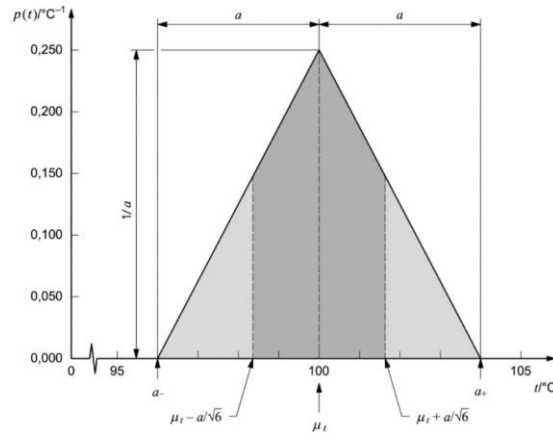


Figura 5.3 – Distribuição triangular [35]

A sua incerteza-padrão é definida por:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

**Equação 5.9**

## 5.2. Incerteza-Padrão da Estimativa da Grandeza de Saída

Sempre que as grandezas de entrada não estão correlacionadas entre si, o quadrado da incerteza-padrão da estimativa da grandeza de saída  $y$  é obtido através da Equação 5.10 [37].

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y)$$

**Equação 5.10**

Sendo então a grandeza  $u_i(y)$  a contribuição para a incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de saída  $y$ :

$$u_i(y) = c_i \times u(x_i)$$

**Equação 5.11**

Onde  $x_i$  é a incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de entrada e  $c_i$  é o coeficiente de sensibilidade associado a  $x_i$ . O coeficiente de sensibilidade descreve como a estimativa da grandeza de saída  $y$  é influenciada pelas variações de cada uma das grandezas de entrada  $x_i$ . Pode ser definido por intermédio da Equação 5.12, derivada parcial da função modelo  $f$  em relação a  $x_i$  [40].

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$$

**Equação 5.12**

Existe também a alternativa, apesar de acontecer raramente, de as grandezas de entrada se correlacionarem entre si. Se acontecer esta situação, deve-se ter em conta as covariâncias associadas e considerá-las como uma contribuição esta para a incerteza. Nestes casos considera-se a lei da propagação da incerteza fornecida pela Equação 5.13:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i, x_j) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N (1/2 c_{ij}^2 + c_{ij}) u^2(x_i) u^2(x_j) \quad \text{Equação 5.13}$$

### 5.3. Incerteza de Medição Expandida

A incerteza de medição expandida  $U$ , é estimada pela Equação 5.14, em que um fator de expansão  $k$  é multiplicado pela incerteza-padrão  $u(y)$  da estimativa da grandeza de saída [38].

$$U = k \times u(y) \quad \text{Equação 5.14}$$

Nos casos em que uma distribuição normal possa ser referida à mensurada e a incerteza-padrão relacionada à estimativa da grandeza de saída possua suficiente fiabilidade, deve ser usado o fator de expansão ( $k = 2$ ). A incerteza expandida indicada equivale a uma probabilidade expandida de aproximadamente 95 %. Ainda assim, é possível determinar o fator de expansão adequado através dos seus graus de liberdade efetivos, de tal modo necessário ter em conta a fiabilidade da incerteza-padrão  $u(y)$ , da estimativa da grandeza de saída. A determinação dos graus de liberdade efetivos é fornecida pela fórmula de *Welch-Satterthwaite*, Equação 5.15 [37]:

$$v_{ef} = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad \text{Equação 5.15}$$

Em que o somatório de  $u_i(y)$ , são as contribuições para a incerteza-padrão da estimativa de saída  $y$ , conseqüentes das incertezas-padrão das estimativas de entrada  $x_i$  e o  $v_i$  o número de graus de liberdade efetivos do componente da incerteza-padrão  $u_i(y)$  [37].

Para uma dada incerteza-padrão dos valores de entrada  $u(\bar{q})$ , adquirida por uma avaliação Tipo A, o número de graus de liberdade efetivos é fornecido por  $v_i = n - 1$ . Caso seja avaliação Tipo B, torna-se mais problemático estimar os graus de liberdade. Contudo, se por exemplo forem definidos limites  $a_-$  e  $a_+$ , geralmente são escolhidos de forma que a probabilidade da grandeza em questão estar fora destes limites seja extremamente pequena, nesse caso os graus de liberdade são assumidos como  $v_i \rightarrow \infty$  [37].

A Tabela 5.1 é baseada numa distribuição *t-student*, através dessa tabela obtém-se a relação do fator de expansão  $k$ , com os graus de liberdade,  $v_{ef}$ . Se  $v_{ef}$  calculado na Equação 5.15 não for um

número inteiro, que é o caso mais comum, deve-se escolher o número inteiro antecedente para  $v_{ef}$  [37].

**Tabela 5.1 – Relação graus de liberdade efetivos e fator de expansão [37]**

$v_{ef}$	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	$\infty$
$k$	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2,00

Nos certificados de calibração, o resultado só está completo quando apresenta a estimativa  $y$  da mensuranda e a respetiva incerteza expandida associada  $U$ , e deve ser expresso segundo o modelo da Equação 5.16 [40].

$$Y = y \pm U$$

**Equação 5.16**

## **5.4. Determinação da Incerteza na Medição de Micro Caudal com o Método Gravimétrico**

Para o valor atribuído à medição de micro caudal ser o mais rigoroso possível, foi preciso proceder à identificação das fontes de incerteza que influenciam os resultados de uma medição de caudal.

### **5.4.1. Parâmetros que Influenciam a Medição**

Na realização de um ensaio, pelo método gravimétrico, existem parâmetros que influenciam o resultado final da medição de micro caudal. Os seguintes parâmetros são fontes de incerteza que foram tidos em conta, para obtenção de uma medida mais fiável possível.

#### **➤ Características do instrumento de medição**

As dimensões e propriedades do instrumento a calibrar devem ser consideradas [38].

#### **➤ Condições ambientais**

As condições ambientais do laboratório têm influência direta na obtenção da massa volúmica do ar e na evaporação [38].

#### **➤ Evaporação**

A evaporação é uma fonte de incerteza, devida aos ensaios de micro caudal serem feitos pelo método dinâmico, o que quer dizer decorre durante um intervalo de tempo. Nesse intervalo de tempo, o líquido presente no recipiente de pesagem evapora.

### ➤ Impulsão

O tubo está imerso, devido a isso origina uma maior força de impulsão que influencia os resultados da medição.

### ➤ Massa volúmica do líquido

Através da massa volúmica do líquido, a massa medida pode ser convertida em volume. O valor da massa volúmica pode ser conseguido consultando a literatura [39] ou medido com instrumentos apropriados [38].

### ➤ Pesagem

Esta é a fonte de incerteza mais relevante no processo da calibração pelo método gravimétrico. Os resultados de pesagem são influenciados por diferentes fatores, nomeadamente a resolução e sensibilidade da balança, a calibração da balança, a classe e massa volúmica dos pesos utilizados na sua calibração [38].

### • Temperatura do líquido

Este parâmetro está relacionado diretamente com o parâmetro da massa volúmica do líquido. Visto que a temperatura influencia a massa volúmica, e neste caso, deve ser medida de forma rigorosa [38].

### • Tempo

Dado que para determinar o caudal é preciso saber a variação de volume por unidade de tempo, logo também é necessário mencionar o tempo como fonte de incerteza [38].

## 5.4.2. Modelo de Cálculo de Micro Caudal

O modelo de cálculo de micro caudal que possibilita a determinação de caudal volúmico nos ensaios efetuados com os dois sistemas padrão, está representado na Equação 5.17. Esta refere a quantidade de líquido que atravessa uma delimitada área por unidade de tempo. O modelo de cálculo de micro caudal tem como fundamento a Equação 2.1, relativo à determinação de volume [40].

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} \left[ \left( (I_L - I_E) - (\delta m_{imp}) \right) \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left( 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(T_0 - 20)] \right] + \delta_{evap} \quad \text{Equação 5.17}$$

Onde:

$Q$  – Caudal volúmico, mL/s;

$\delta m_{imp}$  – Impulsão, g;

$\delta_{evap}$  – Evaporação, mL.



Em que:

$$\delta m_{imp} = \left( (I_L - I_E) \times \left( \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \right) \quad \text{Equação 5.18}$$

Onde:

$D_{tubo}$  – Diâmetro do tubo imerso no líquido, mL;

$D_{tanque}$  – Diâmetro do recipiente de pesagem, mL.

As fontes de incerteza associadas à calibração de caudalímetros são demonstradas na Tabela 5.2, onde estão representadas as fontes de incerteza, incerteza-padrão, tipo de avaliação e a distribuição de cada componente de incerteza.

**Tabela 5.2 – Componentes de incerteza [40]**

Fonte de Incerteza	Incerteza-Padrão	Avaliação Tipo	Distribuição
Massa final	$u(I_L)$	B	Normal
Massa inicial	$u(I_E)$	B	Normal
Impulsão	$u(\delta m_{imp})$	B	Normal
Massa volúmica da água	$u(\rho_w)$	B	Normal
Massa volúmica do ar	$u(\rho_A)$	B	Retangular
Massa volúmica dos pesos da balança	$u(\rho_B)$	B	Normal
Temperatura	$u(T)$	B	Normal
Evaporação	$u(evap)$	B	Retangular
Tempo final	$u(t_f)$	B	Normal
Tempo inicial	$u(t_i)$	B	Normal
Resolução do caudalímetro	$u(res)$	B	Normal
Repetibilidade	$u(\delta_{rep})$	A	Normal

### 5.4.3. Incertezas Padrão

#### 5.4.3.1. Incerteza Associada à Massa Final

Na Equação 5.19 está representada a incerteza associada à massa final [40].

$$u(I_L) = \left[ \left( \frac{u(bal)}{2} \right)^2 + \left( \frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{\delta bal}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{e bal}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} [g] \quad \text{Equação 5.19}$$

Onde:

$u(bal)$  – Incerteza da calibração da balança

$R_{bal}$  – Resolução da balança

$\delta bal$  – Variação após calibração

$e bal$  – Erro máximo da balança, visto que não é realizada a correção aos erros da balança por estarem contemplados dentro do valor da incerteza

#### 5.4.3.2. Incerteza Associada à Massa Inicial

Na Equação 5.20 está representada a incerteza associada à massa inicial.

$$u(I_E) = \left[ \left( \frac{u(bal)}{2} \right)^2 + \left( \frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{\delta bal}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{e bal}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} [g] \quad \text{Equação 5.20}$$

#### 5.4.3.3. Incerteza Associada à Impulsão

Através da Equação 5.18 determina-se a incerteza-padrão associada à impulsão, as seguintes equações são os coeficientes de sensibilidade para a impulsão.

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tubo}} = (I_L - I_E) \times \left( 2 \times \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}^2} \right) \quad \text{Equação 5.21}$$

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tanque}} = -(I_L - I_E) \times \left( 2 \times \frac{D_{tubo}^2}{D_{tanque}^3} \right) \quad \text{Equação 5.22}$$

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_L} = \left( \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \quad \text{Equação 5.23}$$

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_E} = - \left( \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \quad \text{Equação 5.24}$$

Incerteza-padrão:

$$u(\delta m_{imp}) = \left( u^2(D_{tubo}) \times \left( \frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tubo}} \right)^2 + u^2(D_{tanque}) \times \left( \frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tanque}} \right)^2 \right)^{1/2} \\ + \left( u^2(I_L) \times \left( \frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_L} \right)^2 + u^2(I_E) \times \left( \frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_E} \right)^2 \right)^{1/2} \quad \text{Equação 5.25}$$

A Equação 5.25, pode simplificar-se, através das equações representadas abaixo, e as incertezas associadas à massa final e inicial, Equação 5.19 e 5.20, respetivamente:

$$u(D_{tubo}) = \frac{U_{Paquímetro}}{2} [cm] \quad \text{Equação 5.26}$$

$$u(D_{tanque}) = \frac{U_{Paquímetro}}{2} [cm] \quad \text{Equação 5.27}$$

Substituindo na Equação 5.25, fica da seguinte forma:

$$u(\delta m_{imp}) = \\ = \left[ (I_L - I_E)^2 \times \left( \left( \frac{U_{Paquímetro}}{2} \right)^2 \times \left( 2 \times \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}^2} \right)^2 - \left( \frac{U_{Paquímetro}}{2} \right)^2 \right. \right. \\ \left. \left. \times \left( 2 \times \frac{D_{tubo}^2}{D_{tanque}^3} \right)^2 \right) \right]^{1/2} \\ + \left[ \left( \left( \frac{u(bal)}{2} \right)^2 + \left( \frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{\delta bal}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{e bal}{\sqrt{3}} \right)^2 \right)^{1/2} \right]^2 \\ \times \left( \left( \frac{d_{tubo}}{d_{tanque}} \right)^2 \right)^2 \\ - \left( \left( \left( \frac{u(bal)}{2} \right)^2 + \left( \frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{\delta bal}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{e bal}{\sqrt{3}} \right)^2 \right)^{1/2} \right)^2 \\ \times \left( \left( \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \right)^2 \right]^{1/2} [g] \quad \text{Equação 5.28}$$

Por fim, simplificando a equação anterior, ficamos com a incerteza-padrão associada à impulsão.

$$u(\delta m_{imp}) = \left( (I_L - I_E) \times (U_{Paquímetro}) \times \left( \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}^2} \right) \times \left[ 1 - \frac{D_{tubo}^2}{D_{tanque}^2} \right]^{1/2} \right) [g] \quad \text{Equação 5.29}$$

#### 5.4.3.4. Incerteza Associada à Massa Volúmica da Água

Na Equação 5.30 está representada a incerteza associada à massa volúmica da água.

$$u(\rho_W) = \left[ \left( \frac{\rho_W(T + u_{term}) - \rho_W(T - u_{term})}{2\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{u(cal. \text{agua})}{2} \right)^2 \right]^{1/2} [g/mL] \quad \text{Equação 5.30}$$

Onde  $u_{term}$  corresponde a incerteza do termómetro e  $u(cal. \text{agua})$  incerteza da certificação da massa volúmica da água.

#### 5.4.3.5. Incerteza Associada à Massa Volúmica do Ar

Na Equação 5.31 está representada a incerteza associada à massa volúmica do ar.

$$u(\rho_A) = \frac{0,0000005}{\sqrt{3}} [g/mL] \quad \text{Equação 5.31}$$

O valor acima só pode ser utilizado caso o laboratório esteja com as seguintes condições: temperatura entre 18 °C e 30 °C, pressão atmosférica de 940 hPa a 1080 hPa e humidade relativa inferior a 80 %.

#### 5.4.3.6. Incerteza Associada à Massa Volúmica das Massas

Na Equação 5.32 está representada a incerteza associada à massa volúmica das massas.

$$u(\rho_B) = \frac{u(\rho_{mbal})}{2} [g/mL] \quad \text{Equação 5.32}$$

Onde  $u(\rho_{mbal})$  é a incerteza da massa volúmica das massas

#### 5.4.3.7. Incerteza Associada à Temperatura

Na Equação 5.33 está representada a incerteza associada à temperatura.

$$u(T) = \left[ \left( \frac{u_{term}}{2} \right)^2 + \left( \frac{\delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} [^\circ C] \quad \text{Equação 5.33}$$

Onde  $u_{term}$  corresponde a incerteza do termómetro,  $\delta T$  é um possível *drift* após a calibração e  $\Delta T$  a diferença entre as temperaturas da água no início e no final do ensaio.

#### 5.4.3.8. Incerteza Associada à Evaporação

Na Equação 5.34 está representada a incerteza associada à evaporação.

$$u(evap) = \frac{\Delta evap}{\sqrt{3}} \quad [mL/h] \quad \text{Equação 5.34}$$

Onde  $\Delta evap$  é a variação máxima entre os valores obtidos.

#### 5.4.3.9. Incerteza Associada ao Tempo

Na Equação 5.35 está representada a incerteza associada ao tempo.

$$u(t) = \frac{u(cronómetro)}{2} \quad [s] \quad \text{Equação 5.35}$$

Onde  $u(cronómetro)$  é incerteza do cronómetro.

#### 5.4.3.10. Incerteza Associada à Resolução do Caudalímetro

Na Equação 5.36 está representada a incerteza associada à resolução do caudalímetro.

$$u(res) = \frac{\frac{res}{2}}{\sqrt{3}} \quad [mL/h] \quad \text{Equação 5.36}$$

Onde  $res$  é a resolução do instrumento.

#### 5.4.3.11. Incerteza Associada à Repetibilidade

Na Equação 5.37 está representada a incerteza associada à repetibilidade.

$$u(\delta_{rep}) = \frac{s(Q)}{\sqrt{n}} \quad [mL] \quad \text{Equação 5.37}$$

Onde  $s(Q)$  corresponde ao desvio padrão da média de uma série de resultados e  $n$  o número de ensaios efetuados.

#### 5.4.4. Coeficientes de Sensibilidade

Com o propósito de facilitar o cálculo dos coeficientes, foi realizada uma simplificação da Equação 5.17, ficando com a Equação 5.38.

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} [m \times A \times B \times C] + \delta_{evap} \quad \text{Equação 5.38}$$

$$\text{Com base em: } \begin{cases} m = (I_L - I_E) \times \left(1 - \left(\frac{d_{tubo}}{d_{tanque}}\right)^2\right) \\ A = \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \\ B = \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \\ C = [1 - \gamma(T_0 - 20)] \end{cases}$$

Nas seguintes equações estão representados os coeficientes de sensibilidade para cada grandeza [35].

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial I_L}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times A \times B \times C \quad \text{Equação 5.39}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial I_E}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times A \times B \times C \quad \text{Equação 5.40}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial m_{imp}}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times A \times B \times C \quad \text{Equação 5.41}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_w}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times m \times B \times C \times \frac{1}{(\rho_w - \rho_A)^2} \quad \text{Equação 5.42}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_A}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times m \times C \times \left[ \frac{1}{(\rho_w - \rho_A)^2} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) - \left(\frac{1}{\rho_B} \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A}\right) \right] \quad \text{Equação 5.43}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_B}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times m \times A \times C \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2} \quad \text{Equação 5.44}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial T_0}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times m \times A \times B \times \gamma \quad \text{Equação 5.45}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \delta_{evap}}\right) = 1 \quad \text{Equação 5.46}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial t_f}\right) = -\frac{(m \times A \times B \times C)}{(t_f - t_i)} \quad \text{Equação 5.47}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial t_i}\right) = \frac{(m \times A \times B \times C)}{(t_f - t_i)} \quad \text{Equação 5.48}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial r_{es}}\right) = 1 \quad \text{Equação 5.49}$$

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial r_{rep}}\right) = 1 \quad \text{Equação 5.50}$$

### 5.4.5. Incerteza Combinada

Depois da identificação das incertezas padrão e do cálculo dos coeficientes de sensibilidade, seguiu-se o cálculo da incerteza combinada da grandeza  $Q$ . A incerteza combinada é determinada pela Equação 5.51 [41].

$$u(Q) = \left[ \begin{aligned} &\left(\frac{\partial Q}{\partial I_L}\right)^2 u^2(I_L) + \left(\frac{\partial Q}{\partial I_E}\right)^2 u^2(I_E) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta m_{imp}}\right)^2 u^2(\delta m_{imp}) \\ &+ \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_W}\right)^2 u^2(\rho_W) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_A}\right)^2 u^2(\rho_A) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_B}\right)^2 u^2(\rho_B) \\ &+ \left(\frac{\partial Q}{\partial T}\right)^2 u^2(T) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta_{evap}}\right)^2 u^2(\delta_{evap}) \\ &+ \left(\frac{\partial Q}{\partial t_f}\right)^2 u^2(t) + \left(\frac{\partial Q}{\partial t_i}\right)^2 u^2(t) + u(res) + u(\delta_{rep}) \end{aligned} \right]^{\frac{1}{2}} \quad \text{Equação 5.51}$$

### 5.4.6. Incerteza Expandida

A incerteza expandida é determinada com a multiplicação do fator de expansão  $k$  com a incerteza falada anteriormente, incerteza combinada, Equação 5.52 [41].

$$U(Q) = u(Q) \times k \quad \text{Equação 5.52}$$

No subcapítulo 5.3, demonstra como é feita a determinação do fator de expansão  $k$ .





## 6. Apresentação e Discussão dos Resultados

No presente capítulo são apresentados e analisados os resultados obtidos, dos ensaios realizados no decorrer do estágio, bem como a discussão dos mesmos.

### 6.1. Calibração de Instrumentos Volumétricos

No que concerne a este subcapítulo, os resultados apresentados na Tabela 6.1 são relativos à formação praticada no princípio do estágio, tendo como objetivo adquirir experiência no LVC, manusear instrumentos frágeis, bem como compreender o funcionamento das balanças, com o intuito de obter prática com o método gravimétrico.

Tabela 6.1 – Calibração de instrumentos volumétricos

<b>Instrumentos volumétricos</b>	<b>Valor Médio (mL)</b>	<b>Incerteza Expandida (mL) (<math>k=2,00</math>)</b>
<b>Micropipeta - 1 mL</b>	0,9969	0,0056
<b>Picnômetro de alumínio - 100 mL</b>	99,9270	0,0030
<b>Bureta digital - 50 mL</b>	50,0130	0,0050
<b>Balão volumétrico - 250 mL</b>	249,870	0,025
<b>Bureta de vidro - 25 mL</b>	25,082	0,0030
<b>Pipeta graduada - 5 mL</b>	5,0120	0,0010

Para uma primeira realização de calibração de instrumentos volumétricos, os resultados obtidos foram muito satisfatórios, visto que são semelhantes aos obtidos por técnicos especializados do LVC.

## 6.2. Estudo da Evaporação

Os ensaios para o estudo da evaporação foram realizados nas duas balanças de acordo com o subcapítulo 4.5. O período de tempo para análise do volume evaporado foi de 24 h. A Tabela 6.2 faz referência aos resultados adquiridos no estudo da evaporação na balança XP205.

**Tabela 6.2 – Resultados adquiridos no estudo da evaporação na balança XP205**

<b>Tempo (s)</b>	<b>Massa (mg)</b>	<b>Massa Evaporada (mg)</b>	<b>Volume Evaporado (mL)</b>	<b>Taxa de Evaporação (mL/h)</b>
<b>0</b>	137249,2	-	-	-
<b>60</b>	137248,92	0,28	0,00028	0,017
<b>600</b>	137246,45	2,75	0,00276	0,017
<b>900</b>	137245,45	3,75	0,00376	0,015
<b>1800</b>	137241,58	7,62	0,00764	0,015
<b>2700</b>	137238,08	11,12	0,01115	0,015
<b>3600</b>	137235,99	13,21	0,01324	0,013
<b>14400</b>	137196,85	52,35	0,05247	0,013
<b>86400</b>	136907,64	341,56	0,34236	0,014

A Tabela 6.3 faz referência aos resultados adquiridos no estudo da evaporação na balança AX26.

**Tabela 6.3 – Resultado obtidos no estudo da evaporação na balança AX26**

<b>Tempo (s)</b>	<b>Massa (mg)</b>	<b>Massa Evaporada (mg)</b>	<b>Volume Evaporado (mL)</b>	<b>Taxa de Evaporação (mL/h)</b>
<b>0</b>	14150,688	-	-	-
<b>60</b>	14150,68	0,008	$8 \times 10^{-6}$	$4,6 \times 10^{-4}$
<b>600</b>	14150,63	0,058	$5,8 \times 10^{-5}$	$3,5 \times 10^{-4}$
<b>900</b>	14150,605	0,083	$8,3 \times 10^{-5}$	$3,3 \times 10^{-4}$
<b>1800</b>	14150,514	0,174	$1,7 \times 10^{-4}$	$3,5 \times 10^{-4}$
<b>2700</b>	14150,421	0,267	$2,7 \times 10^{-4}$	$3,6 \times 10^{-4}$
<b>3600</b>	14150,33	0,358	$3,6 \times 10^{-4}$	$3,6 \times 10^{-4}$
<b>14400</b>	14149,284	1,404	$1,4 \times 10^{-3}$	$3,5 \times 10^{-4}$
<b>86400</b>	14142,018	8,67	$8,7 \times 10^{-3}$	$3,6 \times 10^{-4}$

A tabela 6.4 demonstra a média da taxa de evaporação dos vários intervalos de tempo para as duas balanças.

**Tabela 6.4 – Média da taxa de evaporação e do desvio padrão para as duas balanças**

<b>Parâmetros</b>	<b>XP205</b>	<b>AX26</b>
<b>Taxa Evaporação (mL/h)</b>	$1,5 \times 10^{-2}$	$3,7 \times 10^{-4}$
<b>Desvio Padrão (mL/h)</b>	$4,8 \times 10^{-4}$	$1,5 \times 10^{-5}$

Pode-se concluir que na balança *Mettler Toledo AX26 Comparator* a taxa de evaporação é bastante menor (~40x), em comparação com a *Mettler toledo XP205*. Esta diferença já era expectável, devido à balança *Mettler Toledo AX26 Comparator* possuir um sistema de controlo de evaporação.

### 6.3. Calibração de Instrumentos Doseadores de Líquidos

A seguir à conclusão da formação recebida sobre calibração de instrumentos volumétricos, com base no método gravimétrico, começaram os ensaios de instrumentos doseadores de líquidos.

Neste subcapítulo apresentam-se os resultados dos vários ensaios que serviram de treino. O erro é calculado com base na Equação 6.1.

$$e = \frac{(Valor\ Nominal - Valor\ Médio)}{Valor\ Médio} \times 100 \text{ [\%]} \quad \text{Equação 6.1}$$

#### 6.3.1. Bomba Peristáltica

O primeiro instrumento ensaiado foi a bomba peristáltica da *Infusomat®Space* da *B. Braun*. Este gerador de caudal é totalmente diferente da *Perfursor®Space* e da seringa *Nexus 3000*, devido a não utilizar seringa, apenas usa tubagens que se coloca no interior da bomba peristáltica. Foram realizados 3 ensaios para o caudal de 100 mL/h em dois dias diferentes. Na Tabela 6.5 estão representados os resultados dos ensaios.

Tabela 6.5 – Resultados obtidos nos ensaios realizados com a bomba peristáltica

Nº do Ensaio	Data (dia-mês-ano)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor médio de caudal (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida Ponderada (%)
1	21-10-2014	100	99,5240	0,48	0,57
2			99,4072	0,60	0,54
3			99,3461	0,66	0,56
1	11-11-2014	100	99,368	0,64	0,51
2			99,121	0,89	0,60
3			99,2396	0,77	0,64

Análise dos erros e incertezas através do gráfico está representado na Figura 6.1.

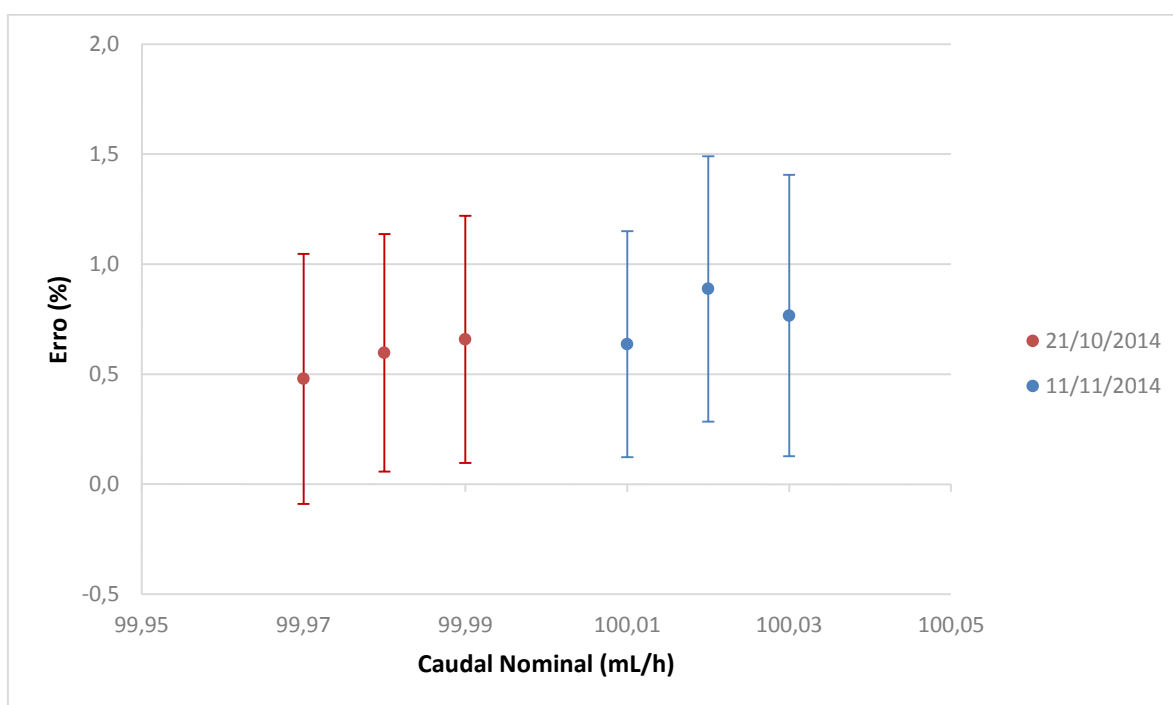


Figura 6.1 – Representação gráfica do erro da bomba peristáltica

Observando o gráfico, podemos afirmar que os resultados obtidos são compatíveis entre si, não havendo grandes diferenças de resultados. Visto que, os erros obtidos estão dentro da incerteza. Assim, verifica-se que existe uma boa reprodutibilidade destes ensaios, dado que foram praticados em dias diferentes e os resultados obtidos foram equivalentes. Também é possível verificar que existe uma boa repetibilidade visto que os 3 ensaios realizados no mesmo dia e nas mesmas condições foram equivalentes. O erro obtido também se encontra dentro da especificação do fabricante, 5 %.

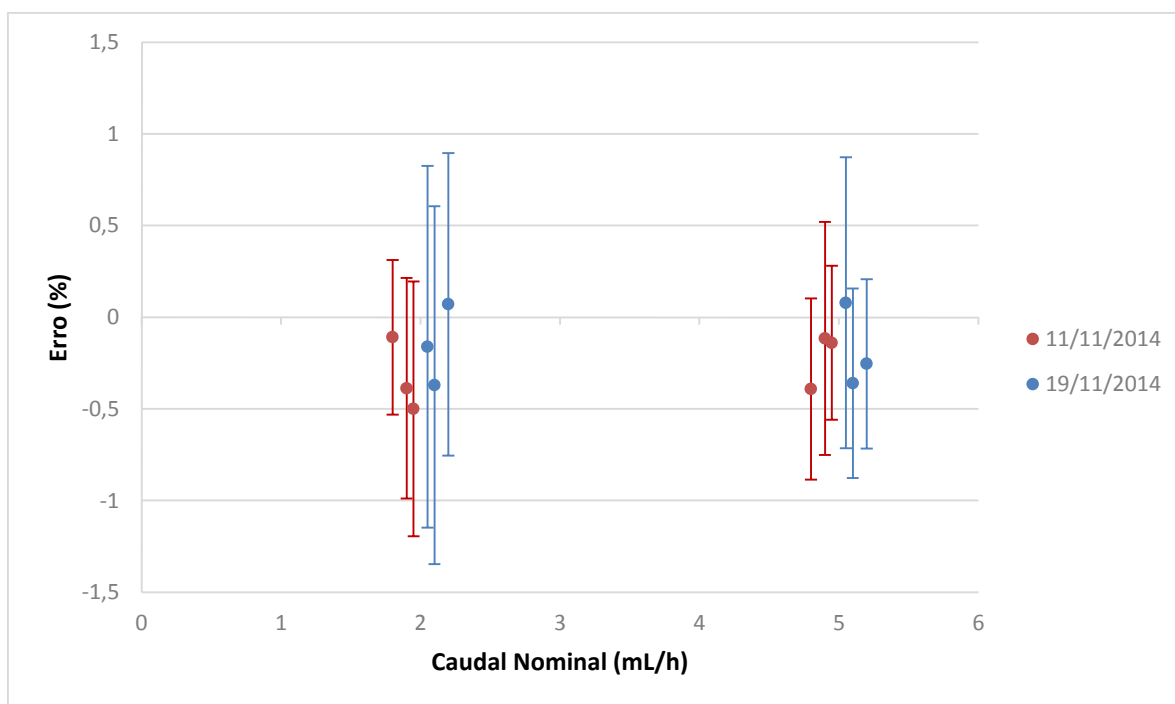
### 6.3.2. Seringa Perfusora

A seringa perfusora da *Perfusor®Space* da *B. Braun*, utiliza seringas como a *Nexus 3000*, mas são de polipropileno. Foram realizados três ensaios para cada caudal, 2 mL/h e 5 mL/h, em dias diferentes. Na Tabela 6.6 estão representados os resultados dos ensaios.

**Tabela 6.6 – Resultados obtidos nos ensaios realizados com a seringa perfusora**

Nº de Ensaio	Data (dia-mês-ano)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor médio de caudal (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida Ponderada (%)
1	11-11-2014	2	2,002	-0,11	0,42
2			2,008	-0,39	0,60
3			2,010	-0,50	0,70
1	19-11-2014	2	2,003	-0,16	0,99
2			2,007	-0,37	0,98
3			1,999	0,07	0,83
1	11-11-2014	5	5,020	-0,39	0,49
2			5,006	-0,12	0,64
3			5,007	-0,14	0,42
1	19-11-2014	5	4,996	0,08	0,79
2			5,018	-0,36	0,52
3			5,013	-0,26	0,46

Em baixo está representado graficamente a análise dos erros e incertezas na Figura 6.2.



**Figura 6.2 – Representação gráfica do erro da seringa perfusora**

Neste caso também se verifica uma boa repetibilidade e reprodutibilidade dos ensaios para os dois caudais. O erro obtido também se encontra dentro da especificação do fabricante, 2,5 %.

### 6.3.3. Seringa Nexus 3000

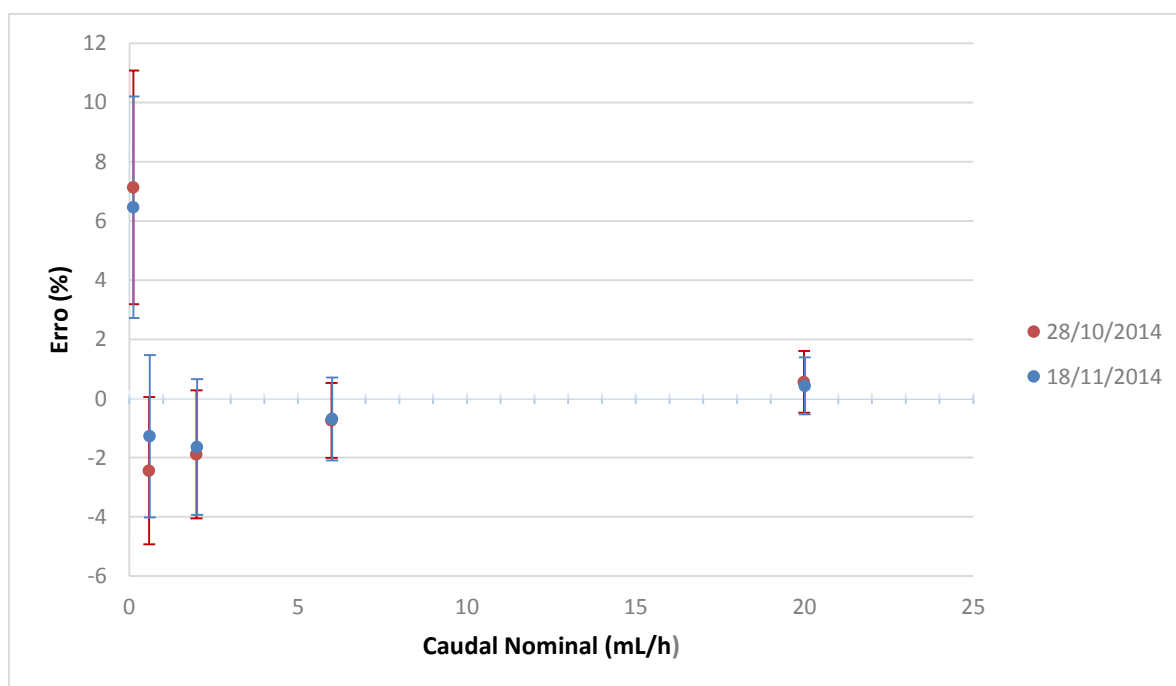
No primeiro contacto com o gerador de caudal/seringa *Nexus 3000*, realizaram-se diversos ensaios com várias seringas de vidro em diferentes caudais, com o objetivo de familiarizar/preparar para a realização de ensaios com o sistema padrão mais caudalímetro.

Na Tabela 6.7 apresentada em baixo, estão representados a média dos resultados de três ensaios correspondentes a cada caudal em dias diferentes.

**Tabela 6.7 – Resultados de ensaios do sistema padrão para caudais de 0,006 mL/h a 20 mL/h**

Caudal Nominal (mL/h)	Seringa (mL)	Data (dia-mês-ano)	Valor médio de caudal (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida Ponderada (%)
0,12	0,5	28-10-2014	0,112	7,13	3,95
		18-11-2014	0,113	6,46	3,75
0,6	1	28-10-2014	0,615	-2,44	2,49
		18-11-2014	0,608	-1,27	2,74
2	5	28-10-2014	2,038	-1,89	2,16
		18-11-2014	2,033	-1,63	2,29
6	10	28-10-2014	6,045	-0,74	1,26
		18-11-2014	6,042	-0,69	1,40
20	25	28-10-2014	19,888	0,56	1,04
		18-11-2014	19,915	0,43	0,96

A partir do gráfico (Figura 6.3), pode-se ter uma melhor análise dos erros e incertezas em relação ao caudal.



**Figura 6.3 – Representação gráfica do erro do sistema padrão para caudais de 0,006 mL/h a 20 mL/h**

Observando o gráfico na Figura 6.3, podemos afirmar que os resultados obtidos são compatíveis entre si, não havendo diferenças significativas. Visto que, os erros obtidos estão dentro da incerteza. Assim, verifica-se que existe uma boa reprodutibilidade destes ensaios. Também se verifica que à medida que o caudal aumenta a incerteza vai diminuindo, isto porque a estabilidade do caudal fica cada vez mais influenciável pelas condições ambientais e das bolhas existentes no sistema.

## 6.4. Calibração de Caudalímetros de Líquidos e Analisadores de Sistemas Perfusores

### 6.4.1. Analisadores de Sistemas Perfusores

De forma a se verificar o comportamento dos sistemas analisadores de caudal IDA-2 Plus e IDA 4 Plus foi utilizado o método gravimétrico, para a determinação do caudal à saída do instrumento. Foi também utilizado o método volumétrico que permite determinar o caudal à entrada do instrumento utilizando a seringa *Nexus 3000*.

#### 6.4.1.1. IDA-2 Plus

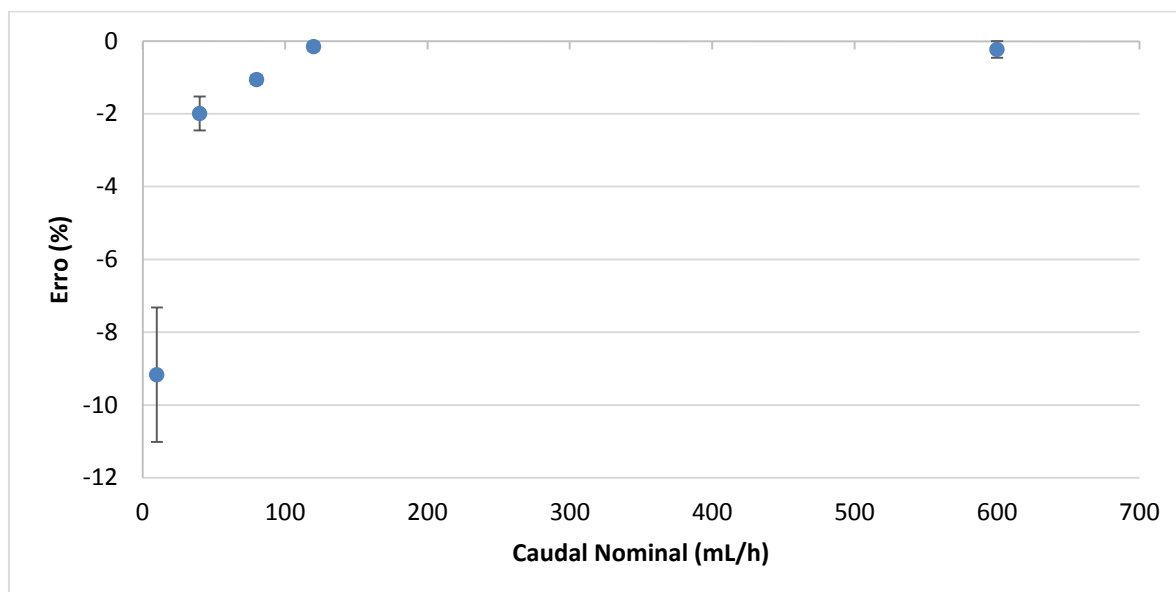
Foram realizados três ensaios para cada caudal utilizando o método gravimétrico. Nos caudais de 10 mL/h, 40 mL/h, 80 mL/h e 120 mL/h foi utilizado como gerador de caudal a seringa perfusora, com uma seringa de polipropileno de 50 mL. No caudal maior de 600 mL/h teve de ser utilizada a bomba peristáltica, devido ao volume necessário para o ensaio ser superior à capacidade máxima das seringas de polipropileno, 50 mL. Na Tabela 6.8 apresentada em baixo, estão representados a média dos resultados de três ensaios correspondentes a cada caudal. O valor de referência foi obtido através da balança.

Tabela 6.8 – Ensaios realizados com IDA-2 Plus

Caudal Nominal (mL/h)	Valor de Referência (Balança) (mL/h)	Valor medido (IDA 2 Plus) (mL/h)	Erro (%)	Incerteza Expandida Ponderada (%)
10	10,650	9,733	-9,17	1,85
40	40,782	39,987	-1,99	0,47
80	80,643	79,794	-1,06	0,12
120	120,343	120,159	-0,15	0,12
600	595,102	593,721	-0,23	0,23



A partir do gráfico (Figura 6.4), pode se ter uma melhor análise dos erros e incertezas em relação ao caudal.



**Figura 6.4 – Representação gráfica do erro do IDA-2 Plus**

Verifica-se que o erro e incertezas obtidas ao caudal mais baixo são bastante superiores às restantes, possivelmente devido a ar no sistema.

De seguida, foi realizada uma comparação entre os resultados obtidos na calibração do IDA-2 Plus, utilizando simultaneamente o método gravimétrico e o método volumétrico.

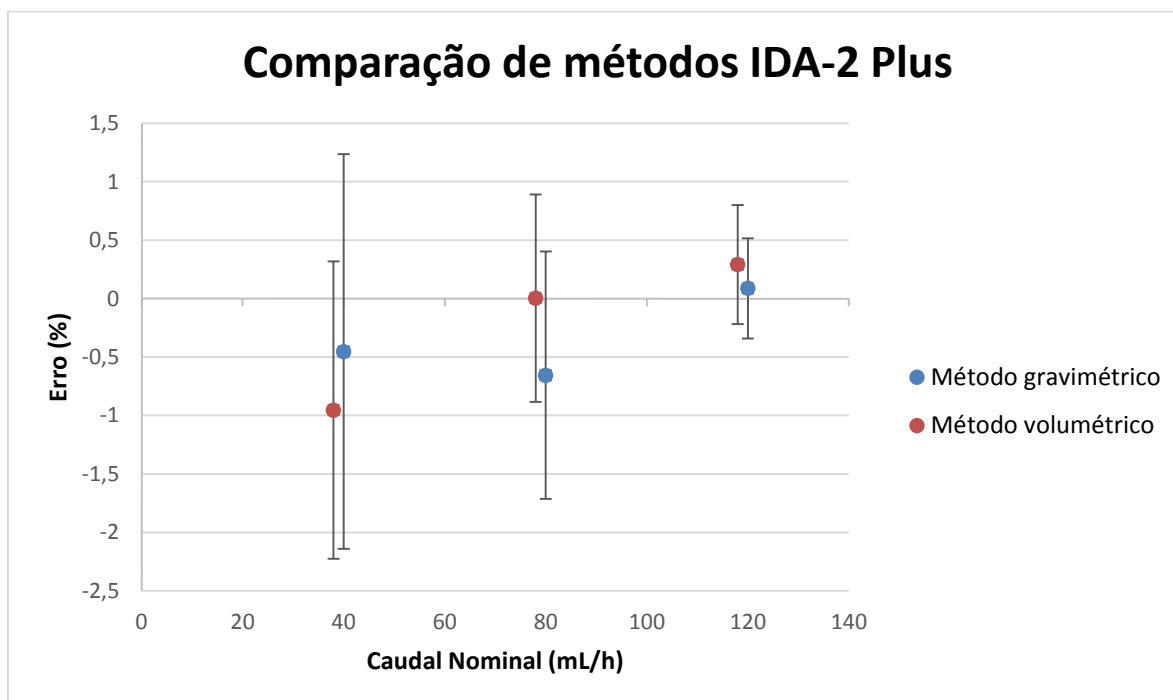
Foram utilizados os seguintes equipamentos: o gerador de caudal *Nexus 3000*, o IDA-2 Plus e a balança. Foi realizada uma montagem em linha onde os componentes foram colocados na ordem anteriormente descrita. A *Nexus 3000* foi calibrada independentemente do ensaio.

Na Tabela 6.9 apresentada em baixo, estão representados a média dos resultados de três ensaios correspondentes a cada caudal.

**Tabela 6.9 – Comparação de métodos com IDA-2 Plus**

Caudal Nominal (mL/h)	Valor Medido (IDA-2 Plus) (mL/h)	Valor de Referência (Balança) (mL/h)	Erro Método Gravi métrico (%)	Incerteza Expandida Ponderada (%)	<i>Nexus 3000</i> (mL/h)	Erro Método Volumé trico (%)	Incerteza Expandida Ponderada (%)
40	39,632	39,813	-0,45	1,69	40,014	-0,95	1,27
80	79,994	80,518	-0,66	1,06	79,990	0,01	0,89
120	120,393	120,288	0,09	0,43	120,044	0,29	0,51

A partir do gráfico (Figura 6.5), pode se ter uma melhor análise dos erros e incertezas em relação ao caudal dos dois métodos.



**Figura 6.5 – Representação gráfica da comparação de métodos com IDA-2 Plus**

Os resultados obtidos pelos dois métodos são consistentes, visto que o erro obtido encontra-se dentro das incertezas mútuas. A Incerteza obtida utilizando os dois métodos é semelhante. Isto porque no método volumétrico apesar de não ser primário apenas temos a utilização de dois dispositivos. No método gravimétrico utilizamos os três dispositivos logo espera-se uma maior variabilidade dos resultados.

#### **6.4.1.2. IDA 4 Plus**

Foram realizados ensaios com o IDA 4 Plus com o método gravimétrico e foram utilizados os seguintes equipamentos: o gerador de caudal *Perfusor®Space* da *B-Braun*, o IDA 4 Plus e a balança. No método volumétrico foi utilizado o gerador de caudal *Perfusor®Space* da *B-Braun*. A *Perfusor®Space* da *B-Braun* foi calibrada independentemente do ensaio.

Na Tabela 6.10 estão representados os resultados dos ensaios.

Tabela 6.10 – Comparação de métodos com IDA 4 Plus

Caudal Nominal (mL/h)	Valor Medido (IDA 4 Plus) (mL/h)	Valor de Referência (Balança) (mL/h)	Erro Método Gravimétrico (%)	Incerteza Expandida Ponderada (%)	Perfusor®Space da Bbraun (mL/h)	Erro Método Volumétrico (%)	Incerteza Expandida Ponderada (%)
5	5,007	4,9898	0,35	1,15	4,928	1,58	0,76
50	50,217	50,129	0,17	0,25	49,960	0,51	0,14
200	200,210	200,281	- 0,04	0,15	200,197	0,01	0,12

A partir do gráfico (Figura 6.6), pode-se ter uma melhor análise dos erros e incertezas em relação ao caudal dos dois métodos.

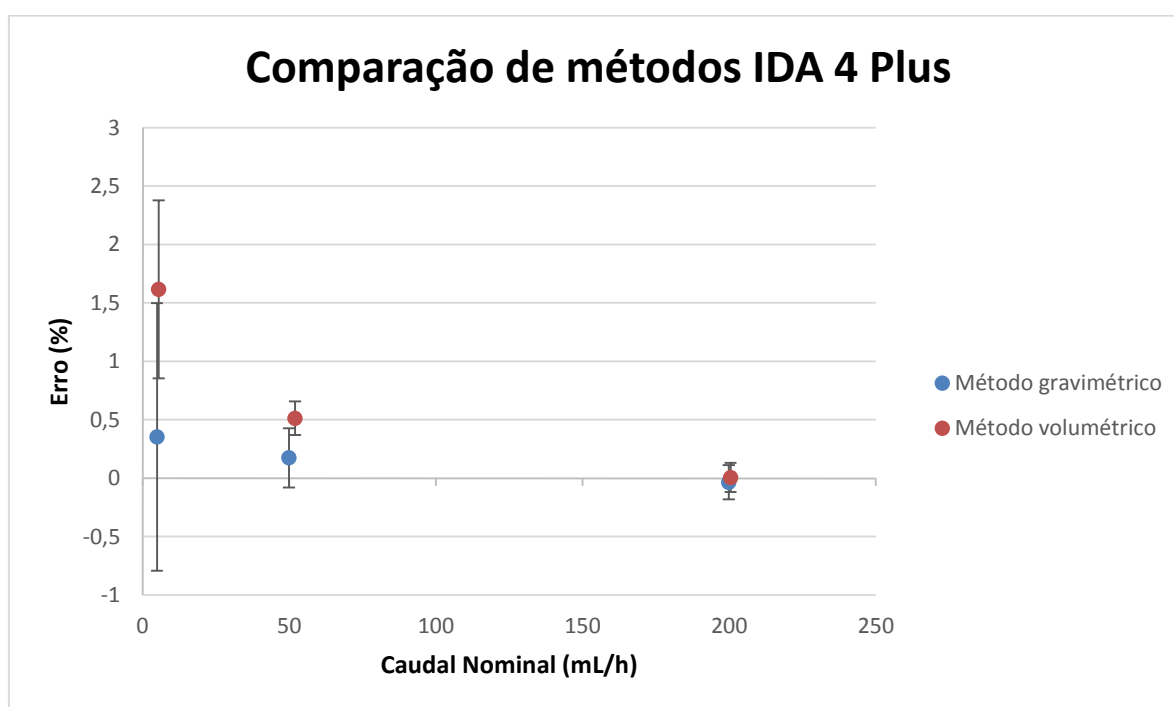


Figura 6.6 – Representação gráfica da comparação de métodos com IDA 4 Plus

Os resultados obtidos pelos dois métodos são consistentes, visto que o erro obtido encontra-se dentro das incertezas mútuas. A Incerteza obtida utilizando os dois métodos é semelhante. Isto porque no método volumétrico apesar de não ser primário apenas temos a utilização de dois dispositivos. No método gravimétrico utilizamos os três dispositivos logo espera-se uma maior variabilidade dos resultados.

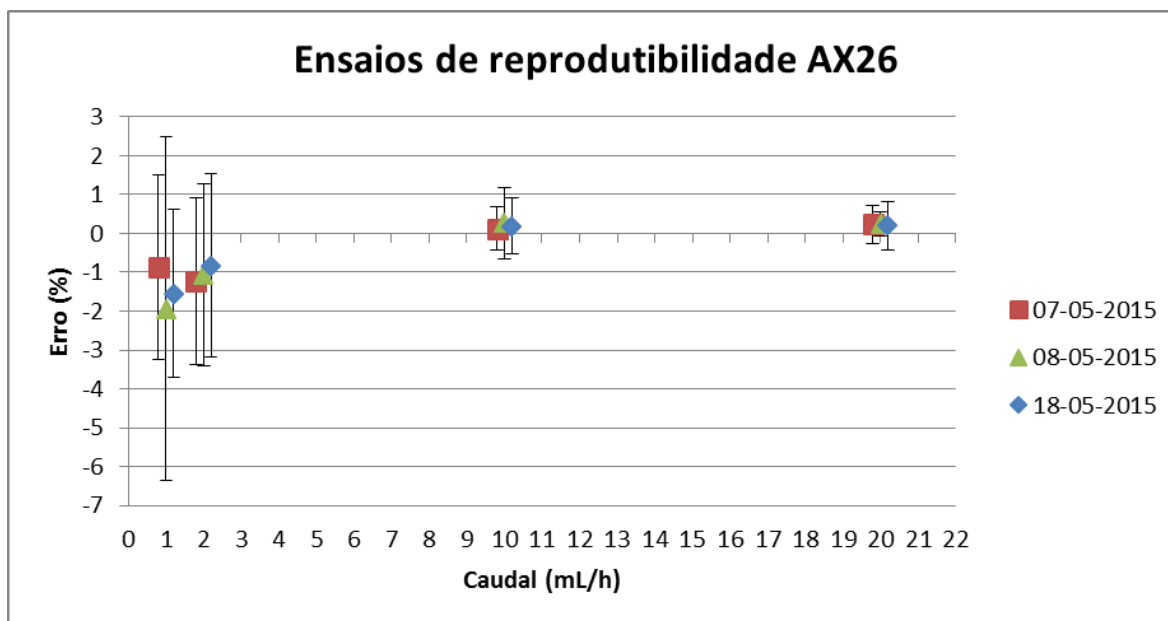
Também se verifica que as incertezas obtidas com o IDA 4 Plus são bastante melhores do que com o IDA-2 Plus, sendo este um instrumento mais antigo e por isso com maior variabilidade.

#### 6.4.2. Caudalímetro de Coriolis

O caudalímetro de Coriolis M12 foi ensaiado na balança *Mettler Toledo AX26 Comparator* a variados caudais (1 mL/h, 2 mL/h, 10 mL/h e 20 mL/h) em dias diferentes. Os resultados estão indicados na Tabela 6.11. Na Figura 6.7 pode-se observar o gráfico dos ensaios de reprodutibilidade na balança AX26.

**Tabela 6.11 – Resultados de ensaios efetuados na balança *Mettler Toledo AX26 Comparator***

<b>Data (dia-mês-ano)</b>	<b>Ensaio Nº</b>	<b>Caudal Nominal (mL/h)</b>	<b>Valor de Referência (<i>Nexus</i>) (mL/h)</b>	<b>Valor medido (Coriolis) (mL/h)</b>	<b>Erro do Caudalímetro (%)</b>	<b>Incerteza Expandida Ponderada (%)</b>
07-05-2015	1	1	0,983	0,9761	- 0,87	2,4
08-05-2015	2	1	1,005	0,986	- 1,93	4,4
18-05-2015	3	1	1,006	0,988	- 1,54	2,2
07-05-2015	1	2	1,987	1,965	- 1,23	2,2
08-05-2015	2	2	1,985	1,964	- 1,06	2,3
18-05-2015	3	2	1,992	1,974	- 0,82	2,4
07-05-2015	1	10	9,959	9,971	0,11	0,56
08-05-2015	2	10	9,960	9,987	0,26	0,92
18-05-2015	3	10	9,959	9,978	0,18	0,73
07-05-2015	1	20	19,897	19,945	0,23	0,49
08-05-2015	2	20	19,839	19,888	0,24	0,30
18-05-2015	3	20	19,971	20,010	0,19	0,61



**Figura 6.7 – Ensaios de reprodutibilidade com a balança AX26**

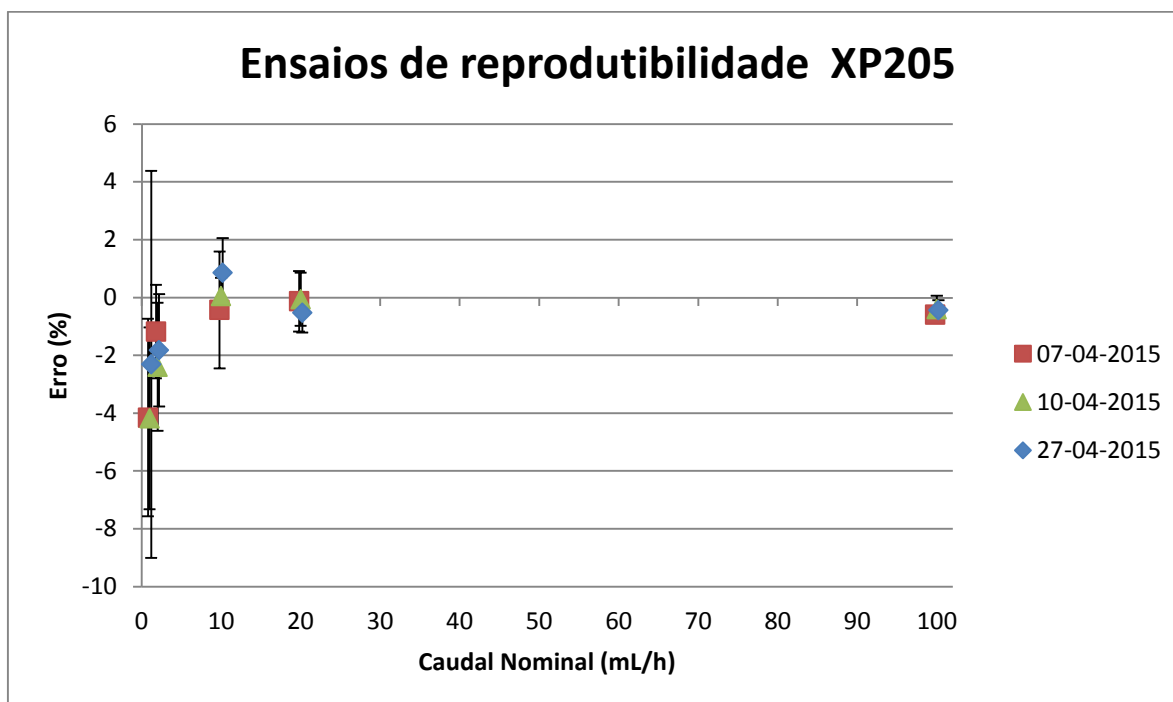
Após a análise dos resultados verifica-se que existe uma boa reprodutibilidade, visto que todos os resultados se encontram dentro da incerteza mútua. Também se pode observar uma diminuição da incerteza com o aumento do caudal, tal como previsto, devido à instabilidade das medições a baixo caudal.

Na Balança XP205 foram ensaiados igualmente vários valores de caudal (1 mL/h, 2 mL/h, 10 mL/h, 20 mL/h e 100 mL/h) em dias diferentes. Os resultados estão indicados na Tabela 6.12.

**Tabela 6.12 – Resultados de ensaios efetuados na balança Mettler Toledo XP205**

Data (dia-mês-ano)	Ensaio Nº	Caudal Nominal (mL/h)	Valor de Referência (Nexus) (mL/h)	Valor medido (Coriolis) (mL/h)	Erro do Caudalímetro (%)	Incerteza Expandida Ponderada (%)
07-04-2015	1	1	1,018	0,984	-4,15	3,42
10-04-2015	2	1	1,025	0,983	-4,18	3,15
27-04-2015	3	1	1,033	1,005	-2,31	6,7
07-04-2015	1	2	2,002	1,981	-1,18	1,62
10-04-2015	2	2	2,029	1,981	-2,4	2,21
27-04-2015	3	2	2,041	2,001	-1,83	1,94
07-04-2015	1	10	9,966	9,923	-0,43	2,02
10-04-2015	2	10	9,975	9,98	0,05	0,64
27-04-2015	3	10	9,907	9,995	0,86	1,2
07-04-2015	1	20	20,008	19,982	-0,13	1,05
10-04-2015	2	20	19,677	19,665	-0,06	0,92
27-04-2015	3	20	20	19,893	-0,53	0,68
07-04-2015	1	100	100,075	99,489	-0,59	0,25
10-04-2015	2	100	99,114	98,707	-0,41	0,47
27-04-2015	3	100	99,974	99,533	-0,44	0,35

Na figura 6.8 pode-se observar o gráfico dos ensaios de reprodutibilidade na balança XP205



**Figura 6.8 – Ensaio de reprodutibilidade com a balança XP205**

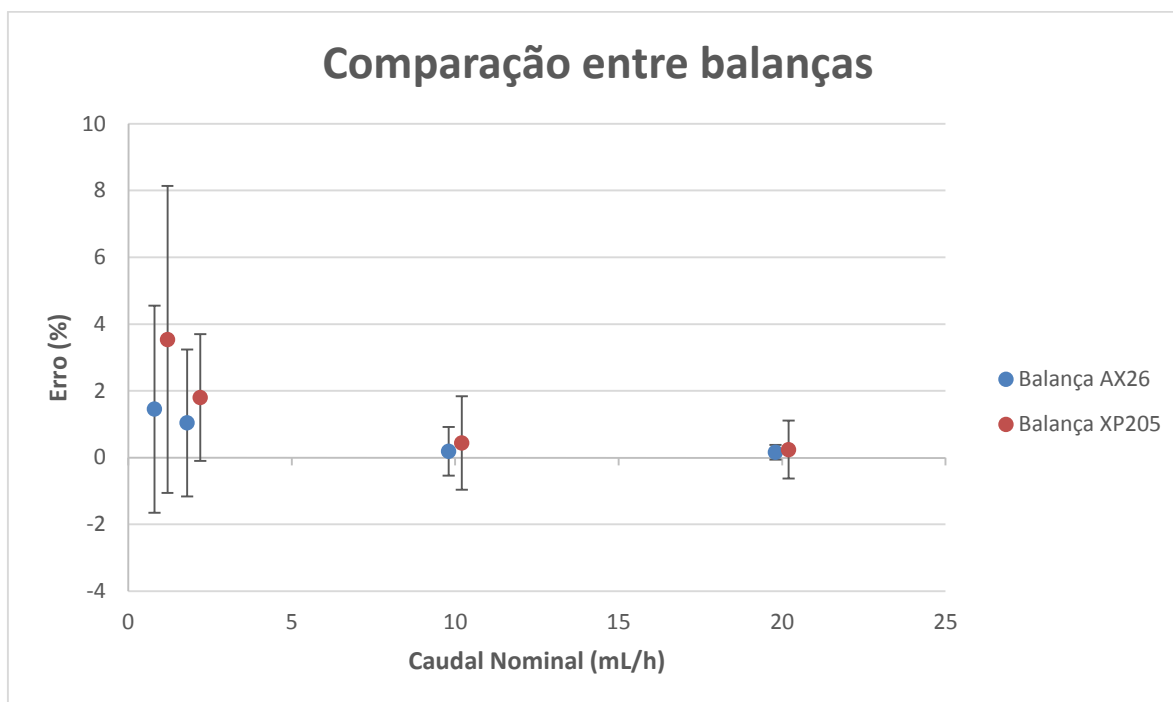
Após a análise dos resultados verifica-se que existe uma boa reprodutibilidade e repetibilidade, visto que todos os resultados se encontram dentro da incerteza mútua. Também se pode observar uma diminuição da incerteza com o aumento do caudal, tal como previsto, devido à instabilidade das medições a baixo caudal.

O caudalímetro de Coriolis M12 foi ensaiado utilizando duas balanças diferentes ao mesmo caudal. Os resultados estão indicados na Tabela 6.13.

**Tabela 6.13 – Resultados comparativos de ensaios feitos para o mesmo caudal com diferentes balanças**

Balança	Caudal Nominal (mL/h)	Erro do Caudalímetro (%)	Incerteza expandida Ponderada (%)
AX26	1	1,45	3,1
XP205	1	3,54	4,6
AX26	2	1,04	2,2
XP205	2	1,8	1,9
AX26	10	0,19	0,73
XP205	10	0,44	1,4
AX26	20	0,16	0,22
XP205	20	0,24	0,87

Na figura 6.9 pode-se observar o gráfico dos ensaios de reprodutibilidade na balança XP205



**Figura 6.9 – Comparação entre balanças**

Após a análise dos resultados verifica-se que existe uma boa reprodutibilidade entre as diferentes balanças. Também se pode verificar que os valores da incerteza na balança AX26 são inferiores à balança XP205 devido as suas características técnicas.





## 7. Conclusões

No âmbito da dissertação de mestrado que teve lugar no LVC do DMET, os objetivos foram alcançados com sucesso.

No sistema padrão para medição de micro caudais, obteve-se uma boa reprodutibilidade foram realizados testes em dias diferentes, os resultados obtidos estão concordantes entre si. Não existe grandes discrepâncias de resultados dado que os erros obtidos estão dentro da incerteza.

No estudo da evaporação, pode-se concluir que na balança *Mettler Toledo AX26 Comparator* a taxa de evaporação é inferior à obtida na *Mettler Toledo XP205* (~40x). Esta diferença já era expectável, devido à balança *Mettler Toledo AX26 Comparator* possuir um sistema de controlo de evaporação (*evaporation trap*).

Nos instrumentos doseadores de líquidos, tanto na bomba peristáltica como na seringa perfusora, conclui-se que os resultados são consistentes, uma vez que o erro obtido encontra-se abaixo do erro máximo admissível indicado pelo fabricante (5 % na bomba peristáltica e 2 % no caso da seringa perfusora).

Na calibração de analisadores de caudal o IDA-2 Plus e o IDA 4 Plus, conclui-se que os resultados são consistentes, tanto para o método volumétrico como para o método gravimétrico, visto que o erro obtido encontra-se dentro das incertezas obtidas. A incerteza obtida utilizando os dois métodos não é significativamente diferente, sendo que em geral as incertezas são sempre mais pequenas no IDA 4 Plus.

De forma a validar o procedimento de calibração de caudalímetros de líquidos no LVC do IPQ, foram realizados vários ensaios de reprodutibilidade e repetibilidade a caudais distintos. Os resultados obtidos foram bastante satisfatórios, assim considera-se que o procedimento experimental e o sistema padrão utilizados são adequados para a calibração gravimétrica de caudalímetros de líquidos.

Na comparação entre os resultados de calibração do caudalímetro de Coriolis utilizando balanças distintas, mas com o mesmo caudal, verificou-se que os resultados obtidos não são significativamente diferentes para a incerteza entre si, no entanto os valores da incerteza na balança *Mettler Toledo AX26 Comparator* são inferiores aos valores da incerteza na balança *Mettler Toledo XP205* devido as suas características técnicas.

Os ensaios do sistema padrão com o caudalímetro permitiram a elaboração do procedimento técnico de calibração de caudalímetros de líquidos, ficando assim o LVC com uma nova capacidade de medição.

A implementação do procedimento e o trabalho experimental desenvolvido, permitiram garantir a rastreabilidade das medições de caudal de líquidos ao SI, essencial para a calibração de

equipamentos no Laboratório Nacional de Metrologia (LNM) do IPQ, nomeadamente para micro caudalímetros no intervalo de medição entre 0,12 mL/h e 600 mL/h.

## 7.1. Sugestões de Trabalhos Futuros

Melhorias que podem ser realizadas no futuro:

- Aquisição de uma válvula automática para substituir a válvula manual de distribuição de 5 vias da *swagelok*, utilizada no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h;
- Obtenção da rastreabilidade do tempo com aquisição de dados em tempo real, fazendo a sincronização do *software* de tratamento de dados ao relógio de cézio do IPQ;
- Aquisição de micro-sensor de temperatura para medir a temperatura do líquido de calibração com ligação automática à aplicação em *LabVIEW*;
- Colocar o caudalímetro num sistema fechado de forma a não sofrer influências de fatores externos, tais como alterações das condições ambientais e vibrações;
- Na balança XP205 melhorar o sistema de controlo de evaporação;
- Relativamente a ensaios superiores a 100 mL/h deveria considerar-se o desenvolvimento de um novo sistema, visto que o atual tem algumas limitações ao nível da resistência do piston do motor da seringa *Nexus 3000* devido à pressão interna da seringa de 100 mL utilizada para estes caudais.

## Bibliografia

- [1] C. Sousa, “Metrologia – Notas Históricas”, Catim, 2010.
- [2] H. Preben e R. Fiona, “Metrology – In Short”, Terceira edição ed., EURAMET, 2008.
- [3] C. Sousa, “Categorias da metrologia”, Catim, 2008.
- [4] IPQ, “IPQ – Instituto Português da Qualidade”, [Online] Available: [www.ipq.pt](http://www.ipq.pt). [Acedido em 18 de Janeiro 2015].
- [5] E. Batista, “Calibração de instrumentos doseadores de fluidos”, LCM – Instituto Português da Qualidade, 2014.
- [6] IPQ, “VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia”, 1ª edição Luso – Brasileira ed., Caparica, 2012.
- [7] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração em caudal de instrumentos doseadores de líquidos pelo método gravimétrico”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2014.
- [8] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração de material volumétrico por gravimetria”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2011.
- [9] IPQ, “ISO 80000-4 – Quantities and units – Part 4: Mechanics”, 1ª ed., 2006.
- [10] R. Bird, W. Stewart, E. Lightfoot, “Transport Phenomena”, 2ª ed., p. 912, New York: Wiley, 2007.
- [11] N. Almeida, Procedimento Técnico “Calibração de recipientes por volumetria”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2011.
- [12] E. Batista, E. Filipe, M. Azevedo, “Metodologias de Validação Na Calibração de Instrumentos Volumétricos”.
- [13] IPQ, NP EN ISO 4787 – “Vidraria de laboratório. Instrumentos volumétricos”. Métodos para ensaio da capacidade e para utilização, 2ª ed., 2011.
- [14] E. Batista, “Medição de Caudal”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2014.
- [15] IPQ, “NP EN 14154–1:2005+A1 – Contadores de água Parte 1: Especificações gerais”, 2008.
- [16] ERSAR, “Os contadores domiciliários de água”, [Online]. Available: <http://www.inframoura.pt/Cache/binImagens/caderno03-contadores-agua-1299.pdf>. [Acedido em 5 de Agosto de 2015].
- [17] A. Sousa, “Avaliação de Erros de Sub-Contagem em Contadores de Água Domésticos”, Coimbra: Instituto Superior de Engenharia de Coimbra, 2011.

- [18] Janz, “Janz”, [Online]. Available: [http://www.cgf.janz.pt/portal/index.php?option=com\\_content&task=view&id=29&Itemid=46#2](http://www.cgf.janz.pt/portal/index.php?option=com_content&task=view&id=29&Itemid=46#2). [Acedido em 10 de Agosto de 2015].
- [19] RESOPRE, “Contadores de água”, [Online]. Available: <http://www.resopre.pt/web/misc/pdf/573.pdf>. [Acedido em 11 de Agosto de 2015].
- [20] RIGEL MEDICAL, “An introduction to Infusion Pump Testing”, [Online]. Available: [http://www.rigelmedical.com/downloads/rigel\\_medical\\_guide\\_to\\_infusion\\_pump\\_testing\\_us\\_v1.pdf](http://www.rigelmedical.com/downloads/rigel_medical_guide_to_infusion_pump_testing_us_v1.pdf). [Acedido em 15 de Setembro de 2015].
- [21] FLUKE BIOMEDICAL, “IDA 4 PLUS – Infusion Device Analyzer”, [Online]. Available: <http://www.flukebiomedical.com/biomedical/usen/infusion-device-analyzers/ida4-infusion-device-analyzer.htm?pid=56325>. [Acedido em 15 de Julho de 2015].
- [22] BIOTEK INSTRUMENTS Inc., “Model IDA-2 Operator’s Manual”, Winooski, USA, [Online]. Available: [http://frankshospitalworkshop.com/equipment/documents/workshop\\_equipment/manuals/Bio-Tek%20IDA-2%20Infusion%20Pump%20Tester%20-%20User%20manual.pdf](http://frankshospitalworkshop.com/equipment/documents/workshop_equipment/manuals/Bio-Tek%20IDA-2%20Infusion%20Pump%20Tester%20-%20User%20manual.pdf). [Acedido em 6 de Julho de 2015].
- [23] Bronkhorst Cori-Tech, “Mini cori-flow”, [Online]. Available: [http://www.bronkhorst-cori-tech.com/files/br\\_coritech/downloads/brochures-en/mini\\_coriflow.pdf](http://www.bronkhorst-cori-tech.com/files/br_coritech/downloads/brochures-en/mini_coriflow.pdf). [Acedido em 15 de Agosto de 2015].
- [24] A. Bandeira, “Otimização de um Padrão Gravimétrico de Medição de Caudal de Fluidos entre 20 mL/h a 0,006 mL/h e Extensão da Capacidade para 600 mL/h”, Lisboa: Universidade Nova de Lisboa – Faculdade de Ciências e Tecnologia, 2012.
- [25] Mettler Toledo, “Evaporation Traps”, [Online]. Available: [http://us.mt.com/us/en/home/products/Laboratory\\_Weighing\\_Solutions/Accessories/Evaporation\\_Traps.html](http://us.mt.com/us/en/home/products/Laboratory_Weighing_Solutions/Accessories/Evaporation_Traps.html). [Acedido em 23 de Agosto de 2015].
- [26] National Instruments, “National Instruments”. [Online]. Available: <http://www.ni.com/labview/pt>. [Acedido em 16 de Agosto de 2015].
- [27] Bronkhorst High Tech, “FlowPlot”, [Online]. Available: [http://www.bronkhorst.com/en/downloads/flowware/flowware\\_downloads/8/flowplot](http://www.bronkhorst.com/en/downloads/flowware/flowware_downloads/8/flowplot). [Acedido em 17 de Agosto de 2015].
- [28] N. Almeida, Procedimento técnico “Calibração de Balanças no Laboratório de Volume”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2012.

- [29] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração de micropipetas”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2012.
- [30] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração de buretas com êmbolo e dispensadores”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2011.
- [31] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração de buretas”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2002.
- [32] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração de seringas e microseringas”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2011.
- [33] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração de picnómetros”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2002.
- [34] A. Cruz, “Incerteza de Medição – introdução ao conceito”, IPQ, Dezembro 2005.
- [35] JCGM 2008, “GUM – Evaluation of measurement data – Guide to expression of uncertainty in measurement”, 1<sup>a</sup> ed., 2008.
- [36] J. C. Silva, “Manual de elaboração de relatórios e tratamento de resultados experimentais”, Fevereiro 2005.
- [37] IPQ, “Guia para a expressão de incerteza de medição nos laboratórios de calibração”, 2<sup>a</sup> ed., Caparica, Dezembro 2005.
- [38] EURAMET, “Calibration Guide – Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration”, Março 2012.
- [39] E. Batista e R. Panton, “The selection of water property formulae for volume and flow calibration”, 2007.
- [40] E. Batista, Procedimento técnico “Calibração de caudalímetros de líquidos pelo método gravimétrico”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2015.
- [41] E. Batista, Procedimento técnico “Cálculo de incertezas no método gravimétrico”, LNM – Instituto Português da Qualidade, 2011.
- [42] EURAMET, “Calibration Guide – Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments”, Março 2011.
- [43] Tanaka, M., Girard, G., Davis R., Peuto A. & Bignell N., “Recommended table for density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports”. 38: pp. 301-309, 2001.



## **Anexos**





## Anexo I – Software do Caudalímetro (*FlowPlot*)

Após a Montagem do sistema padrão com o caudalímetro estar efetuada, conecta-se o caudalímetro ao computador por cabo RS232 e liga-se à corrente. Em baixo apresenta-se funcionamento pormenorizado do *software Flowplot*.

1. Abrir o programa *FlowDDE* (que se encontra neste caso em "C:\Program Files (x86)\Bronkhorst\FlowDDE32\FlowDDE.exe");
2. No separador “*Communication*” carregar “*Open Communication*” para conectar o caudalímetro ao computador;
3. Depois de realizados estes passos obtemos algo como o ilustrado abaixo (Figura I.1);

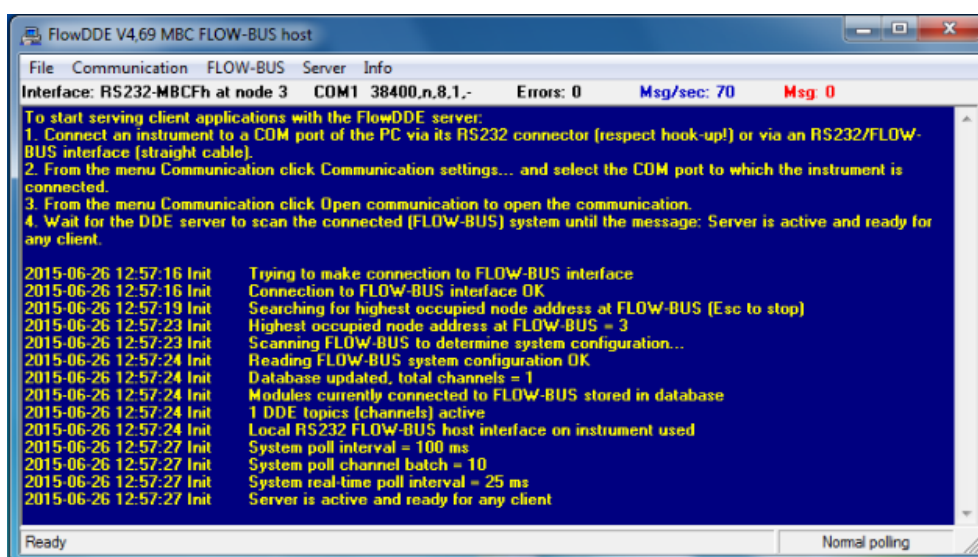


Figura I.1 – Software *FlowDDE* conectar caudalímetro ao computador

4. Abrir o programa *FlowPlot* (que se encontra neste caso em "C:\Program Files (x86)\Bronkhorst\FlowPlot\FlowPlot.exe");
5. Irá aparecer um janela “*Select Parameters*” carregar no “*OK*”.
6. Selecionar o separador “*Extra*” depois “*Options*”, no separador “*File Locations*” escolher onde quer guardar os dados dos ensaios que irão ser efetuados.
7. Selecionar “*start*” para iniciar o ensaio, “*stop*” para parar e automaticamente gravar o ensaio no local onde escolheu no ponto 6.
8. Ilustração abaixo (Figura I.2) apresenta um ensaio a decorrer no *software “FlowPlot”*.

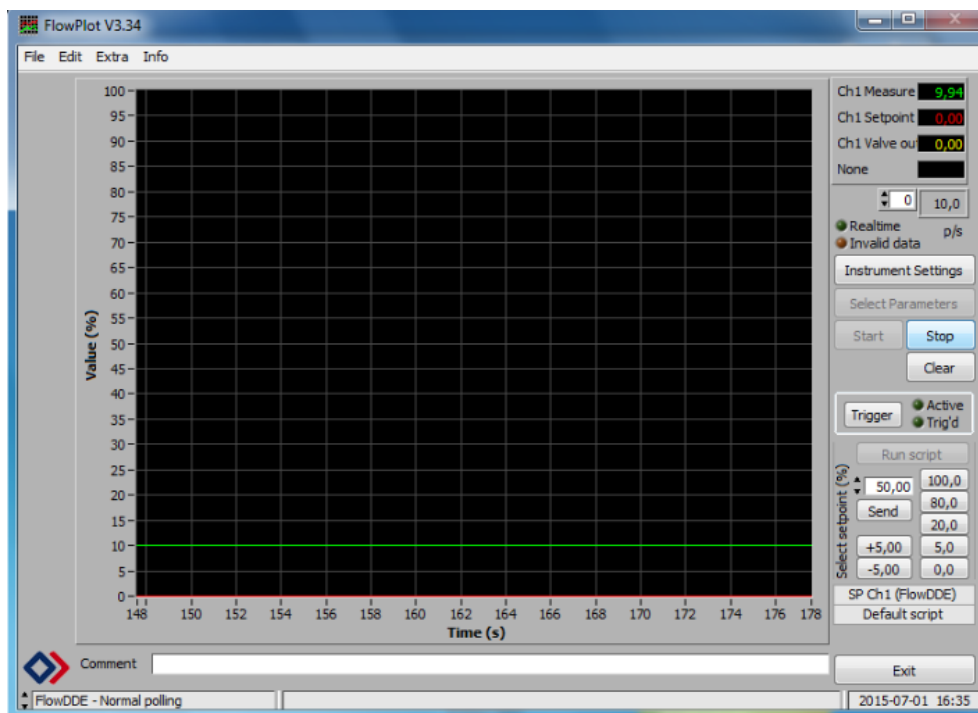


Figura I.2 – Ensaio com caudal de 20 mL/h, com o *software FlowPlot*

## Anexo II – Listagem de Equipamentos do Sistema Padrão mais o Caudalímetro de Coriolis

Na tabela seguinte são ilustrados os equipamentos utilizados neste sistema.

**Tabela II.1 – Descrição dos equipamentos do sistema padrão mais o caudalímetro de Coriolis**

Ilustração do Equipamento	Nome do Equipamento
	Caudalímetro de Coriolis ( <i>M12 mini cori flow</i> )
	Gerador de caudal ( <i>Nexus 3000 da Chemys</i> )
	Seringas de vidro
	Válvula automática de 5 vias ( <i>Intellect II da Kloehn</i> )
	Válvula manual de 5 vias da <i>Swagelok</i>

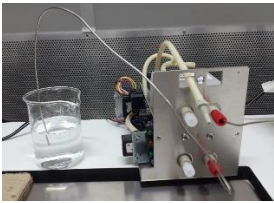

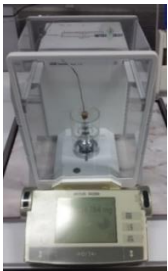





Ilustração do Equipamento	Nome do Equipamento
	Sistema de desgaseificação da <i>systec</i>
	Sensor de pressão ( <i>UNIK 5000</i> da <i>GE</i> ) e Mostrador da <i>Novekal</i>
	Balança <i>Mettler Toledo AX26 Comparator</i>
	Balança <i>Mettler Toledo XP205</i>
	Sistema de controlo de evaporação da balança <i>AX26 (Evaporation trap)</i>

Ilustração do Equipamento	Nome do Equipamento
	Termómetro <i>Lufft C100</i>
	Termohigrómetro <i>Hygroclip Multisens</i>
	Barómetro <i>Druck DPI142</i>



### Anexo III – Fórmulas para Determinação da Massa Volúmica do Ar e da Água

A massa volúmica do ar é determinada a partir da versão simplificada da fórmula CIPM (Comitê Internacional de Pesos e Medidas) [42]:

$$\rho_A = \frac{k_1 \times p_A + h_r(k_2 \times t_A + k_3)}{t_A + 273,15} \text{ [g/mL]} \quad \text{Equação III.1}$$

Onde:

$t_A$  – Temperatura ambiente em °C

$p_A$  – Pressão ambiente em hPa

$h_r$  – Humidade relativa em %

$k_1 = 3,3833 \times 10^{-4} \text{ °C/hPa}$

$k_2 = -2,52 \times 10^{-6} \text{ g/mL}$

$k_3 = 2,0582 \times 10^{-5} \text{ °C}$

De acordo com [43] a fórmula (Equação III.1) produz resultados com uma incerteza expandida de  $1,36 \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3$  nas seguintes condições ambientais (as incertezas de medição das grandezas  $p_A$ ,  $t_A$ , e  $h_r$  não estão incluídas):

$$600 \text{ hPa} \leq p_A \leq 1\,100 \text{ hPa}$$

$$20 \% \leq h_r \leq 80 \%$$

$$15 \text{ °C} \leq t_A \leq 27 \text{ °C}$$

A massa volúmica da água é determinada pela fórmula de Tanaka [43]:

$$\rho_W = \left[ 1 - \frac{(t + a_1)^2 \times (t + a_2)}{a_3 \times (t + a_4)} \right] \text{ [kg/m}^3\text{]} \quad \text{Equação III.2}$$

Onde:

$t$  – Temperatura da água em °C

$a_1 = -3,983035 \text{ °C}$

$a_2 = 301,797 \text{ °C}$

$$a_3 = 522528,9 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$a_4 = 69,34881 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$a_5 = 999,974950 \text{ kg/m}^3$$